

Sistema de Qualidade Analítica num Organismo de Controlo Ambiental

**Anabela Anjos
Marques Ribeiro**

**Sistema de Qualidade Analítica num Organismo de
Controlo Ambiental**

Relatório Profissional apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Química, Especialidade Química Analítica e Qualidade, realizada sob orientação científica do Doutor Armando da Costa Duarte, professor catedrático do Departamento de Química da Universidade de Aveiro e do Doutor Carlos Borrego, professor catedrático do Departamento de Ambiente da Universidade de Aveiro.

Anabela Anjos
Marques Ribeiro

**Sistema de Qualidade Analítica num Organismo de
Controlo Ambiental**

O júri

Presidente

Prof. Doutor Artur Manuel Soares da Silva
Professor Catedrático do Departamento de Química da
Universidade de Aveiro

Prof. Doutor Rui Alfredo da Rocha Boaventura
Investigador Principal Convidado do Departamento de Engenharia Química da
Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto

Prof. Doutor Carlos Alberto Diogo Soares Borrego
Professor Catedrático do Departamento de Ambiente e Ordenamento da
Universidade de Aveiro

Prof. Doutor Armando da Costa Duarte
Professor Catedrático do Departamento de Química da
Universidade de Aveiro

Agradecimentos

A redação deste relatório profissional traduz um percurso de aprendizagem com colaboração de muitas pessoas a quem quero manifestar a minha gratidão.

Agradeço a todos os que colaboraram e tornaram possível este trabalho:

- À minha família e aos meus colegas de trabalho pela importante colaboração que prestaram.
- Aos meus orientadores Doutor Armando da Costa Duarte, professor catedrático do Departamento de Química da Universidade de Aveiro e do Doutor Carlos Borrego, professor catedrático do Departamento de Ambiente da Universidade de Aveiro, pela disponibilidade, simpatia e partilha do seu imenso saber.

Resumo

Tendo por base o historial associado ao laboratório de análises do Instituto do Ambiente e Desenvolvimento (IDAD), no presente trabalho propõe-se uma revisão do respetivo processo de acreditação pela NP EN ISO/IEC 17025:2005 com ênfase na estratégia seguida nos primeiros tempos até se atingir o estado atual. A revisão procurará também enquadrar a atividade do laboratório numa visão mais ampla dos objetivos do IDAD com vista a definir uma estratégia que sirva os atuais interesses do IDAD em certificar-se como organismo de controlo ambiental pela ISO 9001.

Finalmente, serão identificados dois parâmetros e dois métodos analíticos representantes de uma larga gama de parâmetros e de métodos analíticos para um estudo mais aprofundado de metodologias de garantia da qualidade analítica atualmente seguidas no laboratório do IDAD. Este estudo permitirá avaliar a evolução das boas práticas do IDAD e demonstrar possíveis oportunidades para se atingir o grau de Excelência.

Abstract

This work aims at reviewing the process set the NP EN ISO/IEC 17025:2005, namely in what concerns its application to the analytical laboratory of the “Instituto do Ambiente e Desenvolvimento (IDAD)” background. An emphasis was given to the strategy followed by IDAD in the early days until reaching its current status.

The reviewing process will also attempt to frame the laboratory activity into a wider perspective of the IDAD objectives, in order to define a strategy that serves its current interests obtaining the certification as an organism of environmental control by ISO 9001.

Finally, two parameters and two analytical methods have been identified as. Representative of a wide range of parameters and analytical methods, for further study methods of analytical quality assurance, currently followed at the laboratory of IDAD.

This study will evaluate the evolution of good practices at the IDAD and it will demonstrate possible opportunities to achieve Excellence.

Resumo Curricular

Licenciada em Química Analítica pela Universidade de Aveiro em 2003.

Integra desde 2001 a componente laboratorial de equipas de diferentes estudos de Avaliação de Impacte Ambiental, Monitorização Ambiental, Auditoria e Controlo Ambiental do IDAD.

Com 10 anos de experiência no IDAD, colaborou na caracterização de Efluentes Gasosos e Efluentes Líquidos de diversas unidades fabris, caracterização da Qualidade do Ar e Águas Subterrâneas em Programas de Monitorização e ainda colaborou em Programas de Amostragem de Águas Residuais e Efluentes Líquidos em diversas Indústrias.

Na componente laboratorial, possui qualificação para a determinação de Hidrocarbonetos Não Metano em amostras de Ar Ambiente por Cromatografia Gasosa, determinação de ensaios físico-químicos em amostras de águas, efluentes líquidos, efluentes gasosos e ar ambiente. É ainda Responsável Técnica dos ensaios por Colorimetria, Eletrometria, Gravimetria e Titulometria.

Atualmente desempenha funções de Técnica Analista e Responsável do Laboratório.

Índice

| | |
|--|----|
| 1. Introdução | 8 |
| 2. Sistemas de Acreditação – Ponto de situação | 11 |
| 3. Metodologia | 14 |
| 4. Caso de estudo | 15 |
| 4.1. Enquadramento do Sistema de Qualidade Analítica no Laboratório do IDAD | 15 |
| 4.1.1 Organigrama da Qualidade e do laboratório | 16 |
| 4.1.2 Controlo de Trabalho Não Conforme | 16 |
| 4.1.3. Ações Corretivas | 18 |
| 4.1.4. Ações Preventivas | 18 |
| 4.1.5. Controlo da Qualidade dos Resultados | 19 |
| 4.2. Estratégia estabelecida para escolha dos parâmetros iniciais para pedido de acreditação do laboratório em 2003 | 19 |
| 4.3. Estratégia de futuro | 21 |
| 4.4. Gestão de Resíduos – Situações concretas de alternativas com custos ambientais mais elevados | 22 |
| 4.4.1. Análise de Carência Química de Oxigénio | 22 |
| 4.4.2. Análise de Metais em Espectrofotometria de Absorção Atómica | 26 |
| 4.5. Controlo de Qualidade | 27 |
| 4.5.1. Introdução ao Controlo de Qualidade | 27 |
| 4.5.2. Componente de Amostragem | 36 |
| 4.5.3. Método CQO - Método Interno do IDAD | 38 |
| 4.5.4. Método de análise de metais em águas e efluentes Líquidos | 41 |
| 4.6. Identificação de aspetos limitantes de interesse do Sistema da Qualidade do laboratório com intuito ao Controlo Ambiental | 46 |
| 4.6.1. Pontos concretos de dificuldades em que o Laboratório do IDAD se deparou desde a acreditação até ao momento | 48 |
| 5. Conclusões | 50 |
| 6. Referências | 52 |
| Anexo I | 55 |

1. Introdução

A importância da acreditação varia conforme o mercado em que cada laboratório exerce a sua atividade. Para além de nos mercados mais exigentes a acreditação ser condição mínima para se iniciar a negociação, nos mercados onde o grau de exigência não é tão apertado, a acreditação permitirá sempre uma vantagem competitiva pela preferência que potenciais clientes lhe atribuirão. O facto de um laboratório estar acreditado, transmite ao mercado uma confiança acrescida, pois significa que está organizado segundo princípios e práticas de gestão e com técnicas mais adequadas. A outro nível, a acreditação permite ainda a barreira virtual que existe sobre o comércio internacional de resultados analíticos seja ultrapassado, i.e. que o resultado analítico emitido por um laboratório acreditado seja válido noutro país que adote o mesmo Sistema da Qualidade. A acreditação pretende ser uma ferramenta que impõe uma melhoria contínua e um melhor desempenho nos processos, com vista à plena satisfação dos seus clientes.

Segundo o decreto-lei nº 140/2004 de 8 Junho, a acreditação é o reconhecimento formal, por parte do Organismo Nacional de Acreditação, de que uma entidade é competente tecnicamente para realizar uma função específica, segundo normas internacionais, europeias ou nacionais, mas também seguindo orientações dadas pelos organismos de acreditação de que Portugal faz parte. Através da aplicação de normas nacionais e internacionais, governo, compradores e consumidores podem ter confiança em resultados de testes e/ou calibrações, relatórios de inspeção e certificação prestadas. Os organismos de acreditação são estabelecidos em muitos países com o objetivo principal de garantir que os organismos da avaliação da conformidade sejam objeto de supervisão por um órgão competente. O International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC), é uma cooperação internacional de organismos de acreditação de laboratórios formada há mais de 30 anos para ajudar a remover as barreiras técnicas ao comércio. O ILAC trabalha para melhorar a acreditação e a avaliação da conformidade em todo o mundo [1]. ILAC fornece um foco para:

- Desenvolvimento e harmonização das práticas de acreditação do laboratório;
- Promove a acreditação de laboratórios para a indústria, governos, reguladores e consumidores;
- Ajuda e apoia o desenvolvimento de sistemas de acreditação;
- Um dos desafios da ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation) para o futuro, é o de sensibilizar a indústria e os governos para a importância desta rede de reconhecimento de competências, no sentido de aumentar a procura de entidades acreditadas e a acreditação dos resultados produzidos por estas, incluindo os produzidos noutros países [2, 3].

A Acreditação de laboratórios além de ser um meio de determinar a competência técnica de laboratórios para realizar tipos específicos de medições e/ou calibrações, também oferece reconhecimento formal de laboratórios competentes, proporcionando

um meio fácil para os clientes identificarem e selecionarem locais de realização de medições e/ou calibrações confiáveis capazes de satisfazer as suas necessidades.

Para manter este reconhecimento, os laboratórios são reavaliados periodicamente pelo organismo de acreditação para garantir a conformidade contínua com os requisitos normativos. O laboratório também poderá ser obrigado a participar em programas de comparação interlaboratorial (testes de aptidão ou competência) de forma a demonstrar a sua competência técnica. Os laboratórios acreditados geralmente emitem relatórios de ensaio com o símbolo do organismo de acreditação.

Ao selecionar um laboratório para responder às necessidades de medição e/ou calibração, este deve fornecer resultados precisos e fiáveis. A competência técnica de um laboratório depende dos seguintes fatores:

- Qualificações;
- Formação e experiência do pessoal;
- Equipamentos devidamente calibrados;
- Procedimentos adequados de garantia da qualidade;
- Práticas corretas de amostragem;
- Validação de métodos de ensaio;
- Rastreabilidade das medições;
- Instalações de medição e/ou calibração adequadas.

Porque é que a competência técnica de um laboratório é tão importante?

Em todo o mundo, os clientes procuram a garantia de que os produtos, materiais ou serviços que produzem ou compram cumpram as expectativas ou obedecem a requisitos específicos. Isso muitas vezes significa que o produto enviado para um laboratório para determinar as suas características contra um padrão ou uma especificação. Para um fabricante ou fornecedor, escolher um laboratório tecnicamente competente minimiza o risco de produzir ou fornecer um produto com defeito. A confiança no produto é reforçada, se os clientes souberem que o laboratório é avaliado por uma entidade independente competente [4,5].

Como podemos ter a certeza se um laboratório é tecnicamente competente?

Muitos países, dependem de um processo chamado de Acreditação de Laboratórios como um meio de determinação da competência técnica. A Acreditação de laboratórios utiliza critérios e procedimentos desenvolvidos especificamente para determinar a competência técnica. Técnicos especializados realizam uma avaliação criteriosa de todos os fatores num laboratório que afetam os dados de medição e/ou calibrações. Os critérios são baseados em normas internacionalmente aceites ISO/IEC 17025 que são utilizados para avaliar laboratórios de todo o mundo [6].

Objetivo e campo de aplicação da Norma NP EN ISO/IEC 17025:2005

A norma especifica os requisitos gerais de competência para realizar ensaios e/ou calibrações, incluindo amostragem. Abrange os ensaios e as calibrações realizados segundo métodos normalizados, métodos não normalizados e métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório.

A Norma é aplicável a todas as entidades que efetuem ensaios e/ou calibrações e ainda a laboratórios nos quais os ensaios e/ou calibrações façam parte integrante da inspeção e da certificação de produtos.

A Norma é aplicável a todos os laboratórios, independentemente do número de pessoas ou da extensão do âmbito das atividades de ensaio e/ou calibração. Sempre que um laboratório não realize uma ou mais das atividades abrangidas pela presente Norma, como amostragem e conceção/desenvolvimento de novos métodos, os requisitos descritos nas correspondentes seções não se lhes aplicam [7].

Breve descrição das partes da Norma NP EN ISO/IEC 17025:2005

A Norma é dividida em 2 partes de requisitos: Requisitos de Gestão e Requisitos Técnicos.

Requisitos de Gestão

O laboratório ou a organização a que este pertence deve ser uma entidade que possa ser juridicamente responsabilizada.

O laboratório tem a responsabilidade de realizar as suas atividades de ensaio e calibração de modo a cumprir os requisitos da presente Norma e a satisfazer as necessidades do cliente, das entidades regulamentadoras ou das organizações que efetuam o reconhecimento.

O sistema de gestão do laboratório deve abranger o trabalho realizado nas instalações permanentes do laboratório, em locais fora das instalações permanentes ou em instalações temporárias ou móveis associadas.

Se o laboratório estiver integrado numa organização que desenvolva outras atividades para além das relativas a ensaios e/ou calibrações, devem estar definidas as responsabilidades do pessoal-chave da organização envolvido ou que influencie as atividades de ensaio e/ou calibração do laboratório, para se poderem definir potenciais conflitos de interesse.

Quando um laboratório esteja integrado numa organização mais vasta, as disposições organizativas deverão ser tais que os departamentos com conflitos de interesse, tais como produção, marketing comercial ou financeiro, não influenciem negativamente a conformidade do laboratório com os requisitos da presente Norma.

Os requisitos de gestão envolvidos neste capítulo são:

- Organização;

- Sistema de gestão;
- Controlo de documentos;
- Análise de consultas, propostas e contratos;
- Subcontratação de ensaios e calibrações;
- Aquisição de produtos e serviços;
- Serviço ao cliente;
- Reclamações;
- Controlo de trabalho de ensaios e/ou calibração não conforme;
- Melhoria;
- Ações Corretivas;
- Ações preventivas;
- Controlo de registos;
- Auditorias Internas;
- Revisões pela gestão.

Requisitos Técnicos

Há muitos fatores que determinam a exatidão e fiabilidade dos ensaios e/ou calibrações realizadas por um laboratório.

São este tipo de fatores que são abordados neste capítulo da norma. Estes factores incluem:

- Fatores humano (Pessoal);
- Instalações e condições ambientais;
- Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos;
- Equipamento;
- Rastreabilidade das medições;
- Amostragem;
- Manuseamento de itens a ensaiar ou calibrar.

A extensão com que estes fatores contribuem para a incerteza total da medição varia consideravelmente consoante os ensaios (e tipos de ensaios) e as calibrações (e tipos de calibrações). O laboratório deve ter em conta estes fatores no desenvolvimento de métodos e procedimentos de ensaio e calibração, na formação e qualificação do pessoal e na seleção e calibração do equipamento utilizado [7].

2. Sistemas de Acreditação: Ponto de situação

A necessidade de salvaguardar níveis aceitáveis de qualidade nos serviços prestados pelos laboratórios de ensaios e/ou calibrações levou ao desenvolvimento de Normas e Guias de referência que definem requisitos técnicos e de gestão. Uma vez implementadas as diretrizes de um destes documentos e avaliada a sua implementação por um organismo terceiro, a competência do laboratório é reconhecida por todos os organismos que direta ou indiretamente reconheça a competência do organismo avaliador. Neste campo, a acreditação surge como o mecanismo avaliador que só deve

ser acionado quando o Sistema da Qualidade já estiver implementado e a funcionar sem grande resistência.

A acreditação é o procedimento pelo qual um organismo autorizado reconhece formalmente que uma entidade é competente para realizar determinadas atividades específicas, evidenciando-o através de um certificado que descreve o âmbito da acreditação. É além disso uma forma de estabelecer uma rede de reconhecimento de competências, no sentido em que um amplo conjunto de “clientes” reconhece a competência do “organismo avaliador” e por sua vez este reconhece a competência dos “laboratórios”. Desta forma, os “clientes” podem identificar sem dificuldades os “laboratórios” que deram garantias de produzir resultados com níveis de qualidade ajustados ao objetivo do ensaio ou calibração, sem necessidade de qualificar individualmente cada um dos “laboratórios”.

As normas ISO para acreditação constituem a base de uma rede de reconhecimento de competências de dimensão mundial que é assegurada a nível nacional pelo Organismo Nacional de Acreditação. Esta rede é gerida pela Cooperação Internacional de Laboratórios Acreditados, ILAC (*Internacional Laboratory Accreditation Cooperation*), que é constituída por organismos de acreditação signatários do acordo multilateral de reconhecimento mútuo.

A norma é um documento de referência que define genericamente os requisitos que uma determinada entidade deve cumprir para obter o reconhecimento de competência do organismo avaliador. Este documento que serve de base ao Sistema da Qualidade, definindo a política da qualidade que a entidade deve assumir, pretende ser um documento de fácil consulta, bastante elucidativo e independente de interpretações ambíguas. Por estas razões encontra-se estruturada em tópicos bem diferenciados.

A norma de referência NP EN ISO/IEC 17025:2005 corresponde à versão portuguesa da norma europeia EN ISO/IEC 17025:2005, sendo a sua tradução da responsabilidade do Instituto Português da Qualidade. Esta norma, que substitui a EN 45001:1989, define os requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração que pretendam evidenciar um elevado padrão de qualidade. O processo de revisão destes documentos, que servem de alicerce aos Sistemas da Qualidade, é um processo contínuo. Apesar da norma ISO/IEC 17025 ser um documento genérico aplicável a qualquer laboratório de ensaio e/ou calibração, alguns requisitos deste documento devem ser interpretados de acordo com o âmbito do laboratório, uma vez que o peso que determinado requisito tem sobre os “resultados” define a exigência de controlo que o laboratório tem de manter sobre o mesmo. Quer isto dizer que o cumprimento da norma por laboratórios que atuam em diferentes áreas pode ser alcançado de uma maneira discretamente diferente [8, 9].

A primeira edição da presente Norma Internacional (1999) resultou de uma vasta experiência de aplicação do Guia ISO/IEC 25 e da Norma EN 45001, que foram por ela substituídos. Incluía todos os requisitos que os laboratórios de ensaio e calibração têm que satisfazer ao pretenderem demonstrar que geram um sistema de gestão, que são tecnicamente competentes e que são capazes de produzir resultados tecnicamente válidos.

A primeira edição fazia referência às normas ISO 9001:1994 e ISO 9002:2000. Estas normas foram substituídas pela ISO 9001:2000, o que implicou a necessidade de alinhar a ISO/IEC 17025. Nesta segunda edição, as seções só foram modificadas ou acrescentadas quando considerado necessário face à ISO 9001:2000.

Em 2005, a Norma NP EN ISO/IEC 17025 foi revista contemplando poucas alterações alinhando os requisitos de gestão à versão 2000 da Norma ISO 9001. Na seção Organização (4.1) foram incluídos dois novos requisitos. A necessidade de o laboratório assegurar que o seu pessoal está consciente da pertinência e importância das suas atividades e de como eles contribuem para alcançar os objetivos do sistema de gestão e da gestão de topo assegurar que os processos adequados de comunicação sejam estabelecidos no laboratório e que haja comunicação a respeito da eficácia do sistema de gestão. O título da seção 4.2 foi alterado de sistema da qualidade para sistema de gestão. Nessa seção foram incluídos requisitos adicionais para a gestão de topo. Segundo estes, a gestão de topo deve fornecer evidência do seu compromisso com o desenvolvimento e implementação do sistema de gestão e também com a melhoria contínua. Foi incluído um novo item, melhoria (4.10) segundo o qual o laboratório deve aprimorar continuamente a eficácia do seu sistema de gestão por meio do uso da política da qualidade, objetivos da qualidade, resultados de auditorias, análise de dados, ações corretivas e preventivas e análise crítica da direção. A partir deste item, os itens subsequentes da seção 4 foram renumerados, em função da inclusão desse novo item. No item 5.2.2 foi acrescentada a necessidade de avaliar a eficácia das ações de treino implementadas. Na seção Garantia da Qualidade de resultados de ensaio e calibração (5.9) foram incluídos o item 5.9.2 segundo o qual os dados do controlo de qualidade devem ser analisados e, quando estiverem fora dos critérios pré definidos, a ação planeada deve ser implementada para corrigir o problema e evitar que resultados incorretos sejam reportados.

Os organismos de acreditação que reconheçam a competência de laboratórios de ensaio e calibração deverão recorrer à presente Norma como base para a acreditação.

A utilização crescente de sistemas de gestão fez aumentar a necessidade de garantir que os laboratórios que façam parte de organizações mais amplas, ou que ofereçam outros serviços, possam demonstrar que possuem um sistema de gestão da qualidade considerado conforme a norma ISO 9001, assim como com a presente Norma. Houve, assim, o cuidado de incluir todos os requisitos da norma ISO 9001 relevantes para o âmbito dos serviços de ensaio e calibração abrangidos pelo sistema de gestão do laboratório.

Os laboratórios de ensaio e calibração que estiverem conformes com a presente Norma funcionarão igualmente de acordo com a norma ISO 9001.

A conformidade do sistema de gestão da qualidade de um laboratório com os requisitos da ISO 9001 não demonstra, por si só, a competência do laboratório para produzir dados e resultados tecnicamente válidos. Nem a conformidade demonstrada com a presente Norma implica conformidade do sistema de gestão da qualidade do laboratório com todos os requisitos da ISO 9001.

A aceitação dos resultados de ensaio e calibrações entre países deverá ser facilitada se os laboratórios satisfizerem a presente Norma e se obtiverem a acreditação por parte de organismos que tiverem estabelecido acordos de reconhecimento mútuo com organismos homólogos de outros países que também utilizem a presente Norma [10].

O Organismo Nacional de Acreditação foi criado em Portugal em 1986. A 31 de Maio de 2004 foi criado o IPAC pelo Decreto-lei 125/2004, tendo-lhe sido atribuídas as funções de organismo nacional de acreditação que consistem em reconhecer a competência técnica dos agentes de avaliação da conformidade (entidades que efetuam calibrações, ensaios, inspeções e certificações) de acordo com referenciais internacionais. Esta missão foi atribuída ao IPAC segundo o Decreto – Lei nº23/2011 de 11 Fevereiro.

Atualmente as funções da acreditação são exercidas pelo IPAC.

Em 2012 existem 168 laboratórios de ensaio e calibração acreditados pela NP EN ISO/IEC 17025:2005 [11].

3. Metodologia

Dada a importância crescente da acreditação de laboratórios na área ambiental, foi importante realizar um enquadramento deste tema num organismo real de controlo ambiental, onde se enquadra o IDAD – Instituto do Ambiente e Desenvolvimento.

Esse trabalho foi desenvolvido a partir da revisão bibliográfica sobre a gestão da qualidade elaborada a partir de livros, artigos, legislações, normas nacionais e internacionais, visando focalizar as versões e textos sobre a Norma NP EN ISO/IEC 17025:2005e sobre a avaliação da conformidade, com o objetivo de traçar um panorama da evolução dessa Norma e da importância do sistema de gestão da qualidade dos laboratórios para um organismo de controlo ambiental, considerando a necessidade de todos os laboratórios acreditados tenham metas que se direcionam a este cenário.

A pesquisa bibliográfica deteve-se na busca de artigos, capítulos ou livros publicados desde o ano 1986, ano que foi criado o Organismo Nacional de Acreditação em Portugal.

Foi realizado um estudo detalhado do Sistema da Qualidade no laboratório do IDAD segundo a NP EN ISO/IEC 17025:2005, efetuando uma abordagem ao manual da Qualidade existente no laboratório enquadrando-o no referencial normativo aplicável. Foi feito um enquadramento à política de gestão de resíduos existentes no laboratório, salientando a preocupação que esta instituição tem nesta área tão importante a nível ambiental.

Foram feitas análises de custos relativamente ao ponto da gestão de resíduos no laboratório do IDAD para um método analítico concreto, efetuando uma pesquisa bibliográfica dos métodos alternativos de análise e comparando com o método acreditado no Laboratório do IDAD.

Finalmente foi tirado partido da experiência profissional de mais de 10 anos da autora neste tipo de organismo, e foi feita uma abordagem de todos os casos concretos de dificuldades em que a instituição se deparou desde o momento da acreditação e qual a posição que adotou face ao constatado.

4. Caso de Estudo

4.1. Enquadramento do Sistema de Qualidade Analítica no Laboratório do IDAD

O Instituto do Ambiente e Desenvolvimento – IDAD, como unidade de interface da Universidade de Aveiro para a área do Ambiente e Ordenamento, insere-se num quadro cada vez mais competitivo em que as exigências relativamente à Qualidade e à Garantia dos serviços prestados são cada vez mais sentidas quotidianamente.

A Política da Qualidade do IDAD é resumida na manutenção de um sistema organizacional coordenado, assumindo a credibilidade interna, atuando sempre em conformidade com os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025:2005, para assim conseguir a confiança e satisfação de clientes e colaboradores.

Para que a Política do IDAD seja cumprida e respeitada, o IDAD assegura mecanismos eficazes para o tratamento dos resultados analíticos e das reclamações, assegura a confidencialidade dos resultados, promove a participação em ensaios interlaboratoriais, promove as ações necessárias para a melhoria continua no sistema da qualidade [12].

No Anexo I é descrito de uma forma sucinta todo o Sistema da Qualidade do laboratório do IDAD, assim como alguns pontos importantes de cumprimento obrigatório da NP EN ISO/IEC 17025:2005.

4.1.1 Organigrama da Qualidade e do laboratório [13]

O sistema de Gestão da Qualidade do Laboratório do IDAD integra um conjunto de elementos responsáveis pela função Qualidade na estrutura do laboratório, cujas relações se evidenciam no organigrama seguinte:

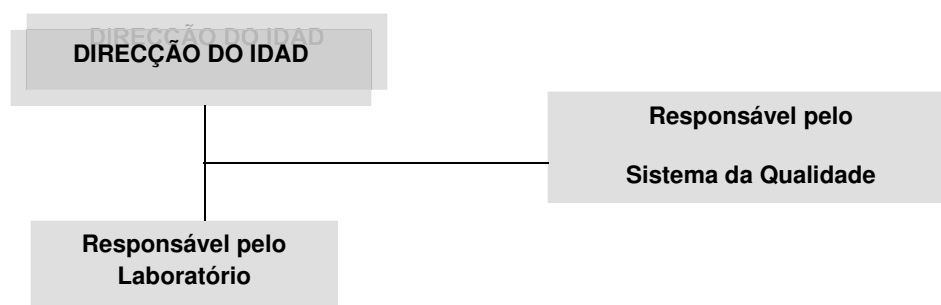


Figura 1 – Organigrama da Qualidade do Laboratório do IDAD

As atribuições de funções de cada um dos elementos atrás indicados são especificadas no Manual da Qualidade do Laboratório do IDAD. No Anexo I encontram-se resumidos os pontos importantes deste documento.

As atividades do Laboratório do IDAD compreendem a realização de ensaios em amostras de diferentes matrizes (águas e efluentes líquidos, efluentes gasosos e ar ambiente exterior) e também medições de ruído e avaliação da qualidade do ar interior. O laboratório representa-se pelo seguinte organigrama:

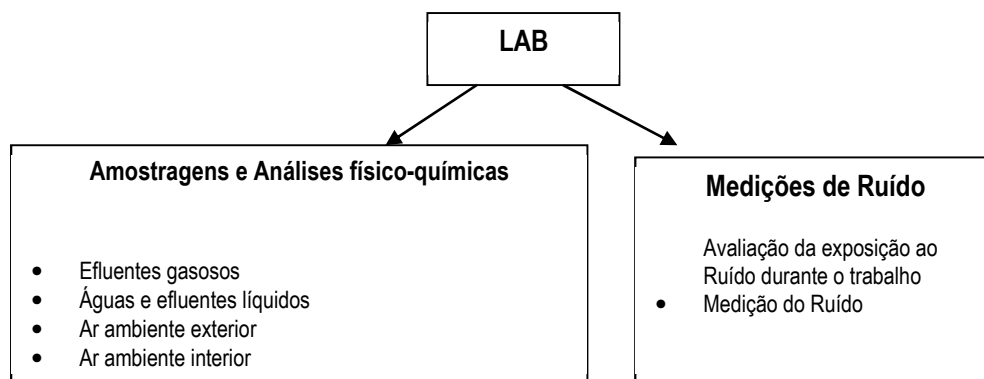


Figura 2 – Organigrama do Laboratório do IDAD

4.1.2 Controlo de Trabalho Não Conforme

Num laboratório de análises a qualidade dos resultados fornecida ao cliente é fundamental, daí um dos processos mais importantes num Sistema de Acreditação é o **controlo de trabalho não conforme**.

A figura seguinte pretende representar a política de metodologia para a gestão do trabalho não conforme, de forma a identificar, analisar e prevenir a ocorrência de

trabalho não conforme, a respetiva definição de responsabilidades, bem como a definição do modo de atuação na sua notificação e pedidos de derrogação ao cliente.

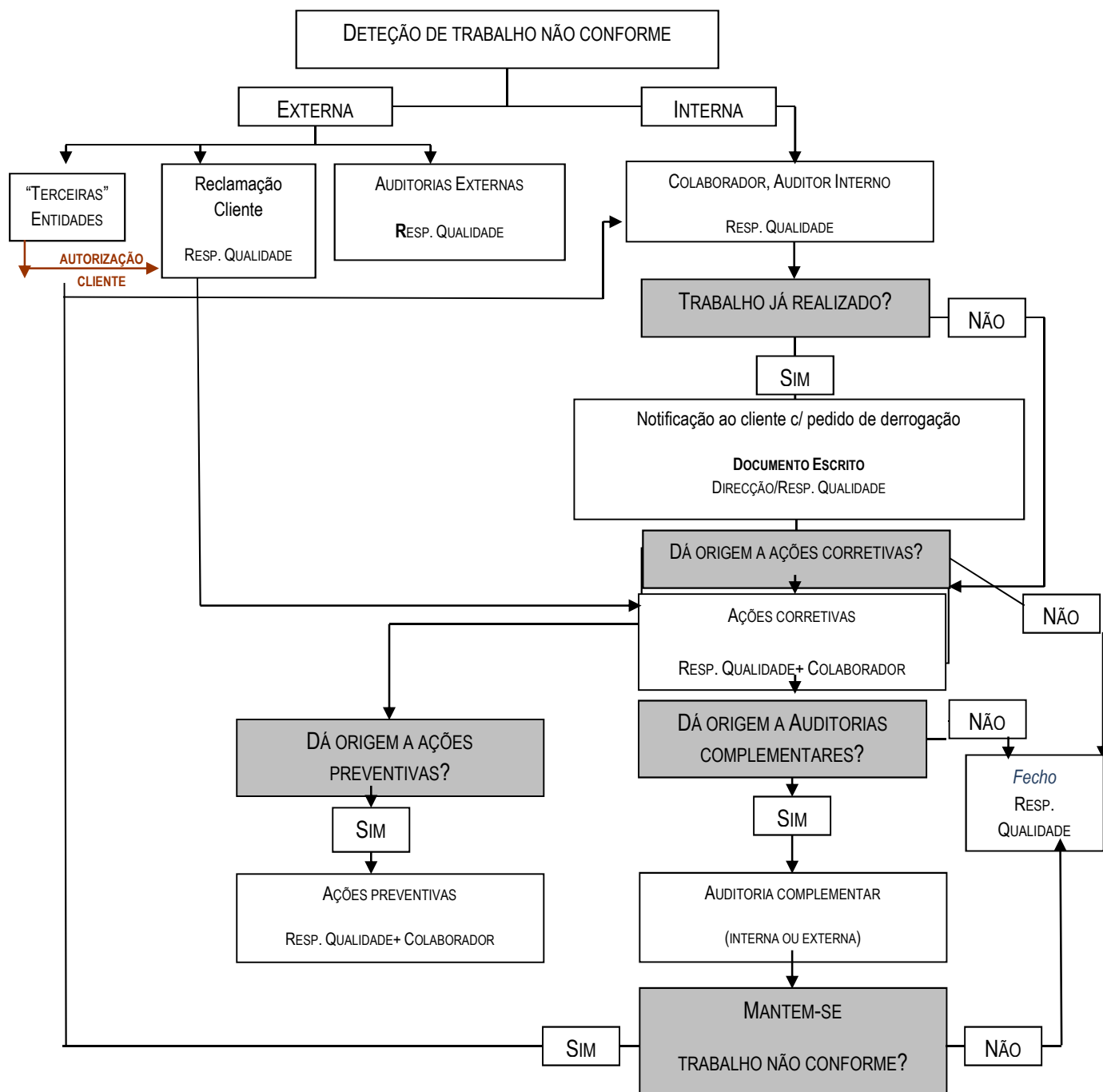


Figura 3 – Diagrama de gestão de trabalho não conforme no Laboratório

O trabalho não conforme pode ser detetado quer no exercício de atividades de carácter técnico, quer em atividades de carácter geral.

O trabalho não conforme pode ser detetado a partir de reclamações de clientes ou terceiras entidades envolvidas no controlo de qualidade de resultados, na calibração dos equipamentos, na verificação de consumíveis, na verificação dos relatórios de ensaio, através do acompanhamento e supervisão do pessoal e, ainda, nas revisões pela Direção e através da realização de auditorias internas e/ou externas, entre outros.

No caso em que a deteção de trabalho não conforme seja reclamada por alguma entidade externa ao cliente, o Responsável da Qualidade participa a situação ao cliente solicitando-lhe uma autorização escrita para responder a essa entidade.

Nas situações em que se confirme a existência de trabalho não conforme a atividade respetiva é reiniciada após fecho da folha interna de observações e não conformidades e ações corretivas, que lhe deu origem.

4.1.3. Ações Corretivas

As medidas corretivas têm origem quer na verificação de não conformidades quer nas sugestões de melhoria. A implementação de medidas corretivas é efetuada por técnico (s) qualificado (s) para o efeito dentro do prazo de execução estabelecido.

O fecho das ações corretivas implementadas é realizado após a obtenção de uma avaliação positiva da respetiva eficácia. A avaliação da eficácia de cada ação corretiva implementada é feita a partir da verificação da resolução da situação de não conformidade ou de sugestão de melhoria que lhe deu origem. Se após a implementação da ação corretiva e avaliação da sua eficácia persistem dúvidas ou se identifiquem problemas proceder-se-á à realização de nova análise de causas.

4.1.4. Ações Preventivas

As ações preventivas visam minimizar potenciais fontes de não conformidades e podem ter origem em ações corretivas ou na identificação de oportunidades de melhoria. O Plano de Ações Preventivas e de melhoria, é estabelecido nas reuniões de Revisão do Sistema e inclui a utilização de vários instrumentos como manutenções de equipamento, realização de inquéritos a clientes, realização de ensaios interlaboratoriais, entre outros. Nestas reuniões é também avaliada a eficácia das ações preventivas definidas anteriormente.

Por outro lado, podem também existir ações preventivas não planeadas, originadas quer de ações corretivas, quer por sugestões de melhoria, como por exemplo as opiniões emitidas pelos clientes.

4.1.5. Controlo da Qualidade dos Resultados

O sistema de Controlo da Qualidade dos resultados adota a seguinte definição de controlo da Qualidade (ISO): "conjunto de técnicas e atividades e caráter operacional utilizadas com vista a responder às exigências da qualidade".

O controlo de qualidade mínimo efetuado para os ensaios no âmbito da acreditação é realizado de acordo com o descrito nas Instruções de Trabalho de cada método de ensaio. Esse controlo, baseia-se essencialmente em procedimentos de caráter técnico de forma a garantir a qualidade dos resultados obtidos.

O controlo de qualidade permite garantir que as condições de validade dos métodos analíticos adotados se mantêm, e compreende a realização na sua totalidade ou parcialmente das seguintes ações:

- Ações de controlo externo, sempre que o laboratório recorre à utilização de material de referência certificado ou ensaios interlaboratoriais;
- Ações de controlo interno, sempre que o laboratório aplique duplicados na análise de amostras, amostras-cegas ou adição de padrão.

No sentido de avaliar e procurar a melhoria no seu desempenho, o Laboratório do IDAD tem participado, desde 1998, em Ensaio Interlaboratoriais.

4.2. Estratégia estabelecida para escolha dos parâmetros iniciais para pedido de acreditação do laboratório em 2003

A solicitação contínua, quer por parte dos projetos realizados no IDAD, quer por parte das indústrias que manifestaram a necessidade de exercer um controle ambiental completo das suas atividades, levou ao reforço das atividades executadas nas medições dos efluentes gasosos assim como à implementação e desenvolvimento de trabalhos analíticos em águas e efluentes líquidos e na monitorização atmosférica.

Com recurso a equipamento simples e de utilização expedita, em meados de 1995, a atividade laboratorial nas águas e efluentes líquidos sofreu ao longo do tempo um desenvolvimento considerável, quer no que diz respeito aos recursos instrumentais e métodos analíticos, quer no que respeita ao pessoal técnico. A preocupação do IDAD foi transmitir uma imagem de qualidade do laboratório e mostrar a suas capacidades de responder a um mercado mais exigente. Foi então, que no ano de 2003 foi solicitado o pedido de acreditação do laboratório.

Desta forma a acreditação iniciou-se pelos parâmetros mais solicitados pelo mercado, quer em Emissões Gasosas, Ar Ambiente ou em Águas e Efluentes Líquidos. Os parâmetros solicitados para acreditação ao IPQ (O IPAC foi criado pelo Decreto lei 125/2004 de 31 Maio) em 2003 foram os descritos na tabela 1 [14].

Tabela 1 – Listagem dos parâmetros acreditados do laboratório do IDAD em 2003

| Produto | Ensaio | Norma / Especificação |
|-------------------------------------|--|--------------------------------------|
| Águas de Consumo Humano e Residuais | Determinação do pH Potenciometria | SMEWW 4500 – H ⁺ |
| Águas de Consumo Humano e Residuais | Determinação de SST Gravimetria | SMEWW 2540 D |
| Águas de Consumo Humano e Residuais | Determinação da Carência Química de Oxigénio (CQO) Colorimetria | Mili 01 |
| Águas de Consumo Humano e Residuais | Determinação da Carência Bioquímica de Oxigénio (CBO ₅) Incubação e método de Winkler | SMEWW 5210 B SMEWW 4500 – O C e G |
| Águas de Consumo Humano e Residuais | Determinação de Chumbo, Ferro e Níquel Espectrometria de Absorção Atómica | SMEWW 3111 B |
| Efluentes Gasosos | Determinação de compostos orgânicos voláteis (COV's) Ionização por chama | EPA 25A |
| Efluentes Gasosos | Determinação de Dióxido de Enxofre Titulação | EPA 6 e 8 |
| Efluentes Gasosos | Determinação de Partículas Totais Gravimetria | EPA 5 |
| Efluentes Gasosos | Determinação da Humidade Gravimetria | EPA 4 |
| Efluentes Gasosos | Determinação do número e localização de medição em fontes fixas | EPA 1 |
| Efluentes Gasosos | Determinação da velocidade Gravimetria | EPA 2 |
| Efluentes Gasosos | Determinação da massa molecular Gravimetria | EPA 3A |

Como se pode observar na tabela anterior, em Emissões Gasosas, os ensaios aos quais foi solicitada acreditação em 2003, foram ensaios cujos referenciais de suporte eram métodos EPA, os quais eram solicitados nessa data pelos clientes.

Desde aí até ao ano de 2011 já foram solicitados pedidos de extensão por forma a aumentarmos o número de parâmetros acreditados no laboratório do IDAD. Para Emissões Gasosas, por imposição das Entidades Competentes, a tendência é abandonar os métodos EPA e implementar métodos segundo Normas Europeias, sempre que estes existam.

4.3.Estratégia de futuro

O Instituto do Ambiente e Desenvolvimento – IDAD, como unidade de interface da Universidade de Aveiro para a área do Ambiente e Ordenamento, insere-se num quadro cada vez mais competitivo em que as exigências relativamente à Qualidade e à Garantia dos serviços prestados são cada vez maiores e mais sentidas quotidianamente. Assim, a estratégia presente e de futuro do IDAD é:

- Garantir maturidade crescente da organização e dos projetos realizados, numa prática de melhoria contínua;
- Manter um Sistema Organizacional coordenado que assegure a credibilidade interna e que mereça a confiança dos clientes e de todas as entidades com quem colabora;
- Assegurar elevados padrões de qualidade nos serviços prestados, em conformidade com os requisitos dos clientes e os requisitos técnicos e legais aplicáveis à sua atividade;
- Atuar em conformidade com os procedimentos laboratoriais sistematizados segundo a Norma NP EN ISO/IEC 17025:2005;
- Aumentar a competitividade nos serviços prestados ao cliente, promovendo assim o aumento do número de ensaios acreditados no anexo técnico e implementação da ISO 9001 na instituição;
- Dar resposta às crescentes solicitações em áreas ainda pouco exploradas pelo IDAD

Relativamente à Acreditação do Laboratório, o IDAD em 2011 solicitou pedido de extensão para a determinação de SO₂ em Emissões Gasosas pela EN 14791:2005, tendo sido concedida a acreditação em Janeiro de 2012. Em 2012 foi já solicitado novo pedido de extensão nos seguintes parâmetros: Amostragem e determinação de COT em Emissões Gasosas pela NP EN 13526:2009, Amostragem e Determinação de H₂S em Emissões Gasosas pela VDI 3486 – Parte 2; Amostragem e Determinação de Monóxido de carbono em Emissões Gasosas com analisador Horiba pela EN 15028:2008; Amostragem e determinação de Óxidos de Azoto em Emissões Gasosas com analisador Horiba pela EN 14792:2005; Amostragem de partículas em suspensão na atmosfera, fração PM10 pelo método de referência radiação beta e pelo método gravimétrico.

A aposta em novas áreas é também estratégia futura do IDAD, pois com a compra de um Olfatómetro (equipamento para análise de odores em Ar Ambiente) no final do ano de 2011, o IDAD visa a entrada numa nova área de intervenção do IDAD, cada vez mais solicitado pelo mercado exterior.

4.4. Gestão de Resíduos – Situações concretas de alternativas com custos ambientais mais elevados

A atividade de laboratório só por si produz resíduos que poderão alterar o meio ambiente caso não sejam controladas as suas descargas (rejeição dos resíduos). No IDAD existe mecanismos para minimizar os efeitos negativos provenientes desta atividade laboratorial. Anualmente, é efetuado um encaminhamento final dos resíduos químicos do laboratório do IDAD.

Até às datas da recolha e encaminhamento final, os produtores armazenam os seus resíduos separadamente nos respetivos recipientes devidamente rotulados. Poderão ser depositados em frascos de vidro ou plástico, dependendo das suas características, podendo ser usados os próprios frascos vazios dos reagentes, desde que lhes seja retirado o rótulo original e colocado o rótulo de resíduo. Para resíduos gerados em quantidades superiores a 10 litros, são fornecidos pela empresa gestora dos resíduos recipientes maiores para o seu armazenamento.

Relativamente ao remanescente de amostras existem várias situações no laboratório do IDAD:

- Amostras preservadas a pH ácido ou básico sofrem um pré – tratamento antes da sua rejeição. São neutralizadas e só depois são rejeitadas. A faixa ideal de pH é entre 6 e 8, abaixo de 2 ou acima de 12,5 é considerada uma faixa perigosa de pH. O agente de neutralização usado é NaOH 50% e H₂SO₄ a 98%
- Amostras sem preservação onde são conhecidos os teores de metais são armazenadas nos recipientes de resíduos de metais se os teores dos mesmos forem superiores aos limites de quantificação, caso contrário são neutralizadas, uma vez que se trata de amostras com pH ácido devido à digestão ácida que sofreram, diluídas e rejeitadas no esgoto;
- Amostras que se tenham detetado elevados teores em alguma substância são devolvidas ao cliente, o qual é responsabilizado pela sua rejeição, uma vez que estas amostras são consideradas resíduos para o laboratório do IDAD.

Relativamente aos recipientes vazios de reagentes químicos, estes são bem lavados antes de serem rejeitados para o lixo.

4.4.1. Análise de CQO

A Carência Química de Oxigénio (CQO), é usada como medida do oxigénio equivalente à fração orgânica da amostra suscetível de ser oxidada por um oxidante químico energético.

Compreende-se por CQO a quantidade de um oxidante (Dicromato de Potássio) que reage com a amostra em condições de temperatura controladas. A quantidade de oxidante consumido é expresso em termos de oxigénio equivalente.

O IDAD efetua esta análise e possui o método acreditado desde 2003, **tendo sido o primeiro laboratório nacional a acreditar-se por este método.**

O método do refluxo com dicromato de potássio é usado como método de referência em qualquer bibliografia, mas o IDAD ponderou os custos ambientais associados a este método e acreditou-se por um método interno com base em testes de cuvets da Hach Lange, utilizando um espectrofotómetro e um termostato de alta temperatura (150°C) para digestão prévia da amostra durante 2 horas.

A figura seguinte representa os testes de cuvets para a determinação de CQO assim como o espectrofotómetro de medição e o Termo reator para digestão das amostras.



Figura 4 – Equipamentos e reagentes usados na análise de CQO pelo teste de cuvets (análise do IDAD)

Os testes de cuvets são comercializados numa vasta gama de concentrações como é representado na figura seguinte, o que permite uma resposta mais abrangente às necessidades do mercado externo.

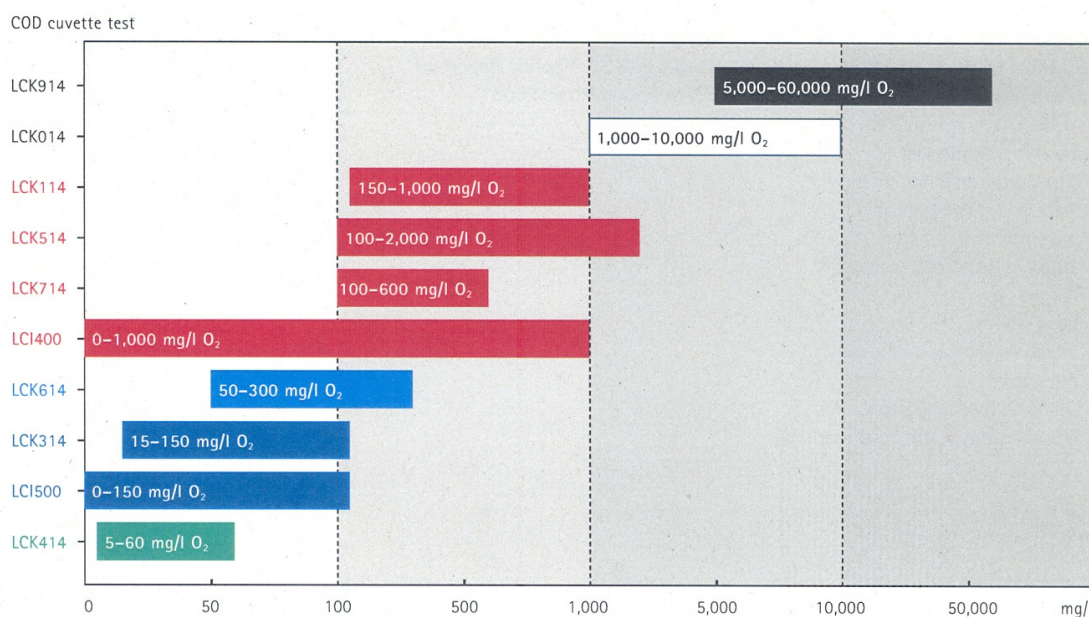


Figura 5 – Gama de concentrações comercializadas nos testes de cuvetes

Os reagentes prontos a usar e pré doseados, de forma precisa – ácido crómico sulfúrico e sulfato de mercúrio, simplificam consideravelmente a análise.

O sistema de testes em cuvetes fechadas garante uma segurança máxima para o analista e o ambiente de trabalho. Este manuseamento simples elimina fontes de erro desde o início, tais como má preparação das soluções a titular, erro na medição de volumes, etc. [15]. Para além destas vantagens a recolha e gestão de resíduos é da responsabilidade do fornecedor, sendo a custo zero para o Laboratório do IDAD.

Em seguida é feita uma breve descrição dos 3 métodos de análise de CQO aqui comparados.

Método do Refluxo Aberto [16]

A amostra (geralmente 50 ml) sofre um tratamento com HgSO₄ (1 ml), H₂SO₄ (aproximadamente 70 ml), K₂Cr₂O₇ (25ml) e posteriormente é titulado o excesso de K₂Cr₂O₇ com sulfato de amónio ferroso usando ferroína como indicador.

Método do Refluxo Fechado [16]

A um volume de amostra (entre 2,5 e 10 ml) adiciona-se uma solução de digestão constituída por H₂SO₄ (entre 3,5 e 14ml), por K₂Cr₂O₇ e HgSO₄ (entre 1,5 e 6ml). Após digestão (tipicamente 2 horas) o excesso de K₂Cr₂O₇ é titulado com sulfato de amónio ferroso usando ferroína como indicador. Alternativamente o procedimento anterior da preparação da amostra pode ser complementado com a análise através do método colorimétrico, com leitura no Espectrofotómetro.

Método Interno do Laboratório do IDAD

A amostra (2 ml) é diretamente pipetada para as cuvets correspondente às concentrações espetáveis na amostra, e após reação a uma temperatura de 150°C as cuvets são lidas diretamente no Espectrofotómetro.

Na análise de CQO pelo método do refluxo (aberto ou fechado) com dicromato (método de referência do Standard Methods) são gerados volumes elevados de resíduos como foi demonstrado anteriormente. Estes volumes de resíduos são traduzidos em custos ambientais e financeiros extremamente elevados, como vai ser representado em seguida.

Nos gráficos seguintes são representados a quantidade de resíduos e o valor total despendido na sua gestão para os 3 métodos de análise de CQO.

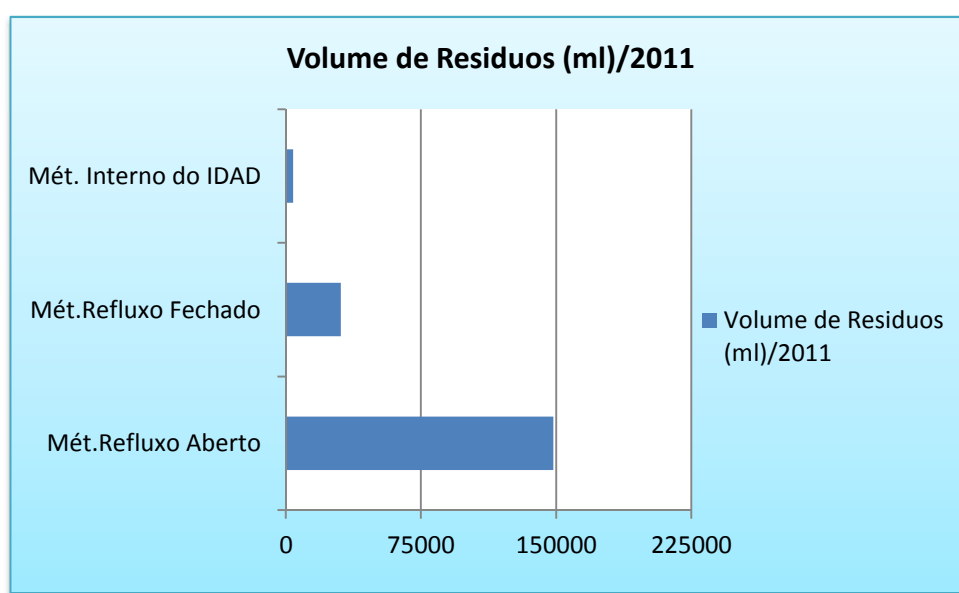


Figura 6 - Volume de Resíduos produzidos (ml) em 2011

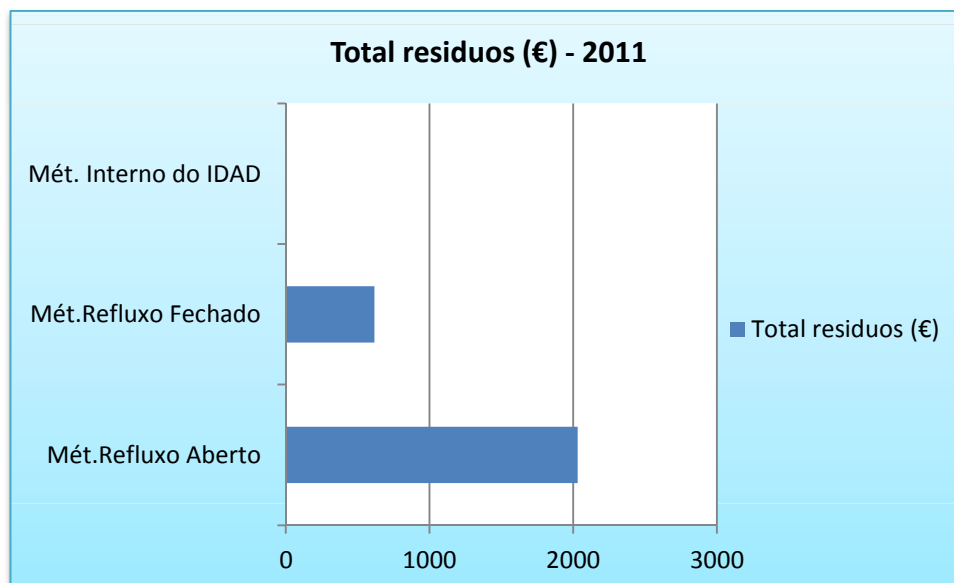


Figura 7 – Custo associado à gestão de resíduos (€) em 2011

Para este levantamento foram contabilizadas num total 473 amostras, que correspondeu ao volume de análises efetuadas no Laboratório do IDAD durante o ano de 2011. Foi também tido em conta o controlo de qualidade que está implementado no Laboratório do IDAD para este método de análise, que consiste na análise de duplicados de amostras em 100% das mesmas, Ensaio de Recuperação em 20% de amostras e Padrões de Controlo (ao longo da gama de trabalho) em 10% de amostras, o que contabiliza um total de 1017 análises ao longo de 2011 para o método de CQO.

4.4.2. Análise de Metais em Espectrofotometria de Absorção Atómica

O Laboratório do IDAD encontra-se acreditado desde 2003 para a análise de metais em águas, efluentes líquidos e qualidade do ar pela técnica de espectrofotometria de absorção atómica.

Este método gera igualmente volumes de resíduos, que ao contrário da situação anterior não se consegue diminuir com métodos de análise alternativos, mas sim com a implementação de ações de sensibilização para diminuição dos mesmos.

Desde 2009 foi implementado no IDAD uma ação de melhoria que visa a redução de resíduos produzidos na análise de metais em Absorção Atómica, que consistiu em rejeitar todo o tipo de resíduos cujo teor em metal fosse inferior ao estabelecido no decreto-lei 236/1998 (anexo XVIII), que estabelece valores limites de emissão (VLE) na descarga de águas residuais, (valores superiores aos limiares analíticos do laboratório - LQ). Esta rejeição é associada à neutralização/minimização da acidez dos resíduos ácidos de metais para descarga na rede pública, utilização da solução alcalina de lavagem

O detergente alcalino utilizado na lavagem do material permite a preparação de uma solução a 2% com pH cerca de 11-12. A solução é eliminada semanalmente, o volume preparado é considerável e sempre superior ao volume de resíduo ácido produzido numa semana. Por isso, dispensa o consumo de outros recursos (materiais – grande quantidade de reagentes p.a., e humanos – tempo de preparação das soluções).

Esta medida diminui em **140 Kg**, a quantidade de resíduos que anualmente era recolhida pela ECODEAL, empresa responsável pela gestão dos resíduos no Laboratório do IDAD, o que corresponde a um valor de cerca **de 272€** de economia.

4.5. Controlo de Qualidade

4.5.1. Introdução ao Controlo de Qualidade

4.5.1.1. Cartas de Controlo

Nos laboratórios de Química são praticados métodos de ensaio de grande variedade. A elaboração de Cartas de Controlo tem acima de tudo a ver com as necessidades inerentes a cada laboratório.

A elaboração de uma Carta de Controlo depende de ensaio, da existência ou não de padrões, materiais de referência certificados ou não e da posterior utilização que se lhe quer dar.

As Cartas de Controlo não são a única ferramenta a utilizar, sendo no entanto muito utilizadas em condições de rotina dos métodos e sempre que seja possível repetir uma determinação de padrões de controlo ou de amostras de teores conhecidos, em cada sessão de trabalho e por cada lote de amostra.

4.5.1.1.2. Tipos de Cartas de Controlo

As Cartas de Controlo mais comuns são:

- **Cartas de Médias ou de Indivíduos** – são cartas que representam ao longo do tempo um determinado parâmetro ou uma média em função do teor;
- **Cartas de Amplitudes ou de Amplitudes Móveis** – são cartas que representam ao longo do tempo a diferença de valores entre vários ensaios repetidos (dois ou mais) do mesmo material ou de materiais diferentes dentro de uma determinada gama de trabalho.

Para a elaboração de Cartas de Controlo pode-se utilizar uma grande variedade de materiais, tais como padrões certificados; materiais de referência certificados; materiais de referência internos e duplicados da mesma amostra ou de amostras diferentes.

Note-se, no entanto, que nem sempre se constroem cartas de Controlo recorrendo aos materiais já citados. Outras situações ocorrem em que se controla, por exemplo, a temperatura, o tempo, a humidade ou outra grandeza. Nestes casos os materiais de controlo são instrumentos que permitam avaliar a grandeza que estamos a controlar.

4.5.1.1.3. Utilização das Cartas de Controlo

As Cartas de Controlo permitem detetar possíveis situações anormais que possam ocorrer durante a execução dos métodos de ensaio. Estas cartas são de extrema utilidade se forem elaboradas com um objetivo concreto, por exemplo, controlo de equipamentos automáticos; validação de calibrações; controlo da precisão e exatidão da técnica e controlo das operações inerentes à realização do método de ensaio.

Associado a cada Carta de Controlo deve existir uma ficha de registo apropriada que indique ao operador o método de ensaio, o equipamento, o material utilizado, a data de elaboração da Carta de Controlo em vigor e a periodicidade da realização do método e ensaio com o respetivo material.

O número de determinações a realizar para futura atualização dependerá da frequência com que o laboratório realiza o método de ensaio.

Os laboratórios devem indicar, para cada Carta de Controlo, qual o procedimento a adotar para a sua atualização. Este procedimento varia de laboratório para laboratório e dentro do mesmo laboratório de método para método de ensaio. Esta atualização dependerá da frequência com que o método de ensaio é realizado [17].

O laboratório do IDAD só elabora Cartas de Controlo para métodos e ensaios se, a partir delas, conseguir tirar mais valias. Neste Laboratório as Cartas de Controlo são utilizadas para definir critérios de aceitação para brancos, padrões de controlo, duplicados e controlo de equipamentos. No início da implementação do sistema de controlo de qualidade do laboratório, elaboravam-se cartas de controlo para ensaios de recuperação, mas ao final de 10 anos, conclui-se que o critério inicial estabelecido de 80 – 120% era aceitável para o laboratório.

4.5.1.2. Brancos

O controlo de brancos é importante no caso de metodologias propícias a contaminações e fundamental na gama baixa de concentrações. A sua realização é independente das amostras serem conhecidas ou não e deve ser reforçada caso o laboratório varie de reagentes, material de lavagem, ou outras

suscetíveis de introduzir contaminações. Considera-se como amostra conhecida aquela que tenha um historial documentado de ensaios pelo laboratório que permita assumir, de forma representativa e suficiente, a sua estabilidade no tempo.

Associado ao controlo de brancos está a verificação periódica do LQ, cuja frequência deve aumentar com a proximidade da gama baixa e a probabilidade de contaminações, bem como com a instabilidade do sinal de fundo [18].

4.5.1.3. Ensaios de Recuperação

A fortificação de amostras e a realização de ensaios de recuperação são importantes no caso de amostras desconhecidas e devem ser realizadas considerando os diferentes tipos de matriz e/ou proveniência/complexidade. Para a fortificação pode ser adicionado o parâmetro de interesse ou um provável interferente, consoante o objetivo pretendido de controlar perdas ou contaminações, ou de despistar interferentes. Caso seja necessário fazer determinações na presença de interferências de matriz, o método de adição de padrão deve ser aplicado.

No caso de amostras conhecidas, a frequência de realização pode ser inferior à das amostras desconhecidas, mas deve ser realizada para confirmar que não houve alterações, ou no caso de haver suspeita de alterações. No caso de amostras conhecidas e sistematicamente abaixo do LQ, a frequência pode ainda ser menor, devendo fazer-se pelo menos um controlo anual representativo das diferentes matrizes que analisa ou se propõe analisar. Recomenda-se que os laboratórios procedam a correções de volumes aquando da realização de ensaios de recuperação, quando relevante.

Nalguns métodos instrumentais com processos que possam induzir perdas ou contaminações a realização de ensaios de recuperação na matriz a analisar, junto ao LQ deve ser feita regularmente para controlar esse maior risco de perdas ou contaminações [19].

4.5.1.4. Duplicados

A realização de duplicados é importante na química - consideram-se como duplicados a realização de ensaios sobre duas (ou mais) tomas da amostra submetidas em separado a todo o processo analítico e não deve ser confundido com a realização de várias medições ou leituras sobre a mesma toma.

No caso de amostras desconhecidas devem ser realizadas com uma frequência não inferior a 5% nas situações já indicadas. No caso de amostras conhecidas, convém serem efetuadas com regularidade, embora se admita uma frequência inferior à das amostras desconhecidas. No caso de amostras conhecidas e sistematicamente abaixo do LQ, a frequência pode ainda ser menor, mas deve fazer-se pelo menos um controlo anual representativo das diferentes matrizes que analisa ou se propõe analisar.

Um caso particular é a repetição de ensaios anteriormente efetuados (recirculação), aplicável consoante a perecibilidade das amostras [19].

4.5.1.5. Padrões de Controlo

Os padrões de controlo são:

- Materiais estáveis a médio/longo prazo, de modo a permitir a comparação de lotes de padrões de controlo novos com antigos e assim avaliar continuamente a variabilidade de resultados no tempo;
- A homogeneidade de cada lote do padrão de controlo é igual ou superior à precisão/fidelidade exigida aos resultados;
- O valor de referência do padrão de controlo deve ser atribuído tomando as precauções necessárias para garantir a sua exatidão (por exemplo por aferição com m MRC ou por confrontação de técnicas).

Podem ser utilizados como padrões de controlo, amostras de controlo (de um lote reservado para esse fim), padrões de matriz ajustada com a das amostras de ensaios interlaboratoriais. Os padrões de controlo permitem controlar a exatidão (quando rastreados com MRC ou ECI) e a precisão/fidelidade ao longo do tempo.

A frequência do uso dos padrões de controlo deve ser aumentada quando não houver MRC ou ensaios interlaboratoriais disponíveis e adequados ou quando não forem utilizados outros meios de controlo da precisão/fidelidade a médio/longo prazo [19].

4.5.1.6. Ensaios de Comparação Interlaboratorial

Por definição, ensaios interlaboratoriais requerem a participação ativa de mais de um laboratório, embora estatisticamente só sejam conclusivos os resultados obtidos com pelo menos cinco laboratórios participantes.

Existem vários tipos diferentes de ensaios interlaboratoriais, cada um deles requerem o seu próprio modelo de análise estatística, que são:

- Ensaio de aptidão ou competência – determina o desempenho do analista ou laboratórios;
- Ensaio de Normalização – destina-se a estudar as características de um método de análise, nomeadamente a sua reprodutibilidade e repetibilidade. Neste caso, é condição de acesso a utilização exclusiva do método em causa;
- Ensaio colaborativo – determina as características para a realização de um método de análise;
- Ensaio comparativo – compara os resultados obtidos por vários métodos de análise;
- Ensaio de consenso ou conformidade – determina o valor a utilizar como “valor verdadeiro”;

- Ensaio de certificação – fixa o “valor verdadeiro” de um material com uma determinada incerteza.

O laboratório do IDAD participa uma vez em cada ciclo de acreditação no ensaio de aptidão. As entidades responsáveis por estes ensaios em que o laboratório do IDAD participa são a Relacre (para ensaios de águas naturais e residuais) e a IELAB (para águas residuais e contaminações atmosféricas). Durante o ciclo de acreditação, todos os parâmetros no Âmbito de acreditação devem ter participação neste tipo de ensaios.

No ensaio de aptidão, realiza-se um ou mais ensaios por um grupo de laboratórios em um ou mais materiais idênticos, muitas vezes permitindo liberdade de escolher o método de análise. A finalidade deste ensaio é avaliar o desempenho dos participantes, com base na exatidão e precisão dos resultados. Por vezes, nomeadamente no caso de laboratórios de calibração, a avaliação é feita com base nas incertezas atribuídas pelos participantes aos resultados por eles obtidos.

As amostras usadas devem ser adequadas aos objetivos do ensaio, e normalmente representativas ou das amostras encontradas em rotina, ou de amostras com características especiais (por problemas legislativos, perigosidade, dificuldades analíticas, etc.). Assim, as amostras usadas podem ser naturais, ou de preparação totalmente sintética ou apenas parcial (adição de preservantes/elementos a dosear/ interferentes/ modificadores de matriz).

A preparação das amostras a usar no ensaio deve estar delegada a um laboratório especialista no campo das análises em causa, que esteja consciente quer dos problemas analíticos, quer dos problemas de homogeneidade e estabilidade. Normalmente, são efetuados estudos de homogeneidade e estabilidade das amostras após a sua preparação (ou durante o ensaio-piloto), de modo a conhecer o respetivo grau de homogeneidade e estabilidade. Mais uma vez, estes estudos devem ser efetuados por laboratórios com um desempenho analítico elevado [20].

Os resultados obtidos pelo laboratório nos ensaios interlaboratoriais em que participa devem ser objeto de uma análise cuidada, de que resulta um plano de ações corretivas.

A avaliação do desempenho do Laboratório participante é feita pela entidade organizadora. Em geral é usada a seguinte fórmula (“Z-score”):

$$Z\text{-score} = \frac{(X_{lab} - X_v)}{s}$$

Em que:

X_{lab} – valor obtido pelo Laboratório;

X_v – valor aceite como verdadeiro, isto é, o estabelecido no ensaio interlaboratorial;

S – unidade de desvio, que pode ser o desvio padrão da média dos laboratórios no ensaio interlaboratorial, a incerteza de X_v , ou outro desvio que assente em critérios de exigência da entidade organizadora.

A avaliação pode ser feita segundo a seguinte escala de pontuação:

- $|Z| \leq 2$: Satisfatório;
- $2 < |Z| \leq 3$: Questionável;
- $|Z| > 3$: Incorreto

Nesta escala o laboratório deverá ter “z-scores” inferiores a 2, embora na prática nem sempre tal acontece. Nestes casos, o que se deve fazer é elaborar um plano de ações corretivas [21].

4.5.1.7. Materiais de referência Certificados

Sempre que possível, os Materiais de Referência certificados (MRC) devem ser usados como ferramenta no Controlo de Qualidade de uma análise química.

Um MRC possui um valor de concentração (ou outra grandeza) para cada parâmetro e uma incerteza associada (em alguns casos, nomeadamente quando se está perante um MRC multicompetente, pode acontecer que nem todos os parâmetros tenham incerteza atribuída). A aquisição de um MRC terá de ser feita a um organismo fornecedor reconhecido e credível. Existem algumas entidades que comercializam MRC's, como por exemplo:

- **IRMM** – Institute for Reference Materials and Measurements, anteriormente designado por BCR (<http://irmm.jrc.ec.europa.eu/>);
- **NIST** – National Institute of Standards and Technology, dos Estados Unidos da América (<http://www.nist.gov>);
- US Geological Survey dos Estados Unidos da América (<http://www.usgs.gov>);
- US Environmental Protection Agency dos Estados Unidos da América (<http://www.epa.gov>);
- National Research Council do Canadá (<http://www.nrc-cnrc.gc.ca>);
- Agência Internacional de Energia Atómica (<http://www.iaea.org>).

O uso correto dos MRC consiste na sua análise para avaliar o desempenho do Laboratório. O valor obtido na análise de um MRC deve ser comparado com o valor certificado, determinando-se o erro e exatidão da análise. Quando o valor obtido não se encontrar dentro do intervalo de incerteza indicado para o valor certificado, o Laboratório deve procurar as causas desse desvio e tentar eliminá-las ou aceitá-las. Conforme o rigor definido para os resultados, o Laboratório pode adotar critérios diferentes para aceitação dos resultados dos MRC.

Os resultados dos MRC podem ser avaliados por:

a) Erro relativo

Uma forma de avaliar a exatidão de um método de ensaio é através do cálculo do erro relativo (Er), expresso em percentagem (%). Este é calculado pela expressão:

$$Er = \frac{(X_{lab} - X_v)}{X_v} * 100$$

Em que:

X_{lab} – Valor obtido experimentalmente (ou a média aritmética de valores obtidos);

X_v – valor aceite como verdadeiro, ou seja, o valor certificado do MRC.

O erro relativo exprime a componente de erros sistemáticos. Cabe ao laboratório definir qual o seu grau de exigência em termos de exatidão do método em estudo, o qual deve assentar sempre que possível em Um valor de “Er” inferior ou igual a 5% em alguns casos pode ser satisfatório, sendo no entanto este valor meramente indicativo [22].

b) Teste de hipótese (teste t)

O laboratório pode também averiguar a existência de erros sistemáticos associados à metodologia praticada, através de um teste de hipótese:

$$t = \frac{(X_{lab} - X_v) * \sqrt{N}}{S_{xlab}}$$

Sendo:

X_{lab} – média dos valores experimentais obtidos pelo laboratório na análise do MRC;

N – número de amostras ensaiadas;

S_{xlab} – desvio padrão associado à média dos valores do laboratório (X_{lab}).

Em seguida o valor de t (em módulo) é comparado com o valor crítico t_{tab} (tabelado para determinado grau de confiança **N-1** graus de liberdade) e toma-se como critério de aceitação:

Se $|t| \leq t_{tab}$, **não ficou** estatisticamente evidenciada a existência de erros sistemáticos e logo o ensaio é satisfatório;

Se $|t| > t_{tab}$, ficou estatisticamente evidenciada a existência de erros sistemáticos e logo o ensaio não é satisfatório [22].

c) Fator de desempenho (“Z-score”)

Outra forma de avaliar o desempenho do laboratório na análise de um MRC é o cálculo de desempenho Z:

$$Z = \frac{(X_{lab} - X_v)}{S}$$

Sendo:

X_{lab} – valor obtido pelo laboratório;

X_v – valor aceite como verdadeiro, ou seja, o valor certificado do MRC;

S – unidade de desvio, que pode ser a incerteza do MRC ou ainda outra unidade de desvio interna.

A avaliação pode ser feita de acordo com a seguinte escala de pontuação:

$|Z| \leq 2$: Satisfatório;

$2 < |Z| \leq 3$: Questionável;

$|Z| > 3$: Incorreto

O fator de desempenho Z é função da unidade de desvio adotada, isto é, poder-se-á utilizar outra escala de pontuação que não a citada anteriormente.

d) Erro Normalizado

Caso o laboratório calcule a incerteza do seu resultado (U_{lab}), o valor verdadeiro (X_v) deve estar dentro do intervalo de incerteza de X_{lab} . Qual tal não acontece, este intervalo poderá estar subestimado. Nestes casos, é geralmente empregue o conceito de erro normalizado (En) para efetuar a avaliação do desempenho:

$$En = \frac{(X_{lab} - X_v)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$$

Em que:

U_{ref} – Incerteza associada ao valor verdadeiro

Se $|En| \leq 1$, então U_{lab} está bem estimada

Sempre que nos processos de avaliação utilizados não se verifiquem as condições satisfatórias, deverá ser elaborado um plano de ações corretivas de forma a procurar as causas do sucedido, corrigi-las e reavaliar-se o ensaio.

A periodicidade da análise dos MRC's deve ser estipulada em função da frequência de análises efetuadas, de estas serem de rotina ou de carácter pontual, do grau de conhecimento das amostras, da complexidade das técnicas e do grau de confiança exigido para o resultado [22].

4.5.1.8. Calibrações de equipamentos afetos às análises

O laboratório deve dispor de todo o equipamento para amostragem, medição e ensaio necessários à correta execução dos ensaios e/ou calibrações (incluindo amostragem, preparação de itens para ensaio e/ou calibração, tratamento e análise de dados de ensaio e/ou calibração). Nos casos em que necessite de utilizar equipamentos fora do seu controlo permanente, o laboratório deve garantir que são respeitados os requisitos da Norma NP EN ISO/IEC 17025:2005.

O equipamento e o seu software utilizados para o ensaio, calibração e amostragem devem poder atingir a exatidão requerida e cumprir com as especificações para os ensaios e/ou calibrações em questão. Devem ser estabelecidos programas de calibração para as principais grandezas ou valores dos instrumentos, sempre que estas propriedades tenham um impacto significativo sobre os resultados. Antes de ser posto ao serviço, o equipamento (incluindo o utilizado na amostragem) deve ser calibrado ou verificado, de modo a demonstrar que cumpre os requisitos específicos do laboratório e as especificações normativas relevantes. Todo o equipamento utilizado para ensaios e/ou calibrações, incluindo equipamento para medições complementares (por exemplo, condições ambientais), que tenham um impacto significativo sobre a exatidão ou a validade do resultado do ensaio, calibração ou amostragem, deve ser calibrado antes de entrar ao serviço. O laboratório deve estabelecer um programa e procedimentos para as calibrações dos seus equipamentos. Este programa deverá incluir um sistema para a seleção, utilização, calibração, verificação, controlo e manutenção dos padrões, materiais de referência utilizados como padrões, e equipamento de medição e ensaio utilizado para realizar ensaios e calibrações [23].

No laboratório do IDAD, todos os equipamentos laboratoriais encontram-se identificados numa folha de registo da listagem de equipamento. O laboratório do IDAD não executa a calibração dos equipamentos, recorrendo para o efeito a entidades externas acreditadas sempre que existam. Os materiais de referência utilizados são da responsabilidade dessas entidades que deverão apresentar a certificação dos materiais e da calibração. Os equipamentos sujeitos a calibração, as entidades calibradoras e a periodicidade de calibração estão definidas e identificadas num plano de calibração dos equipamentos, elaborado anualmente pelo Responsável da Qualidade.

Após a calibração, o Responsável da Qualidade realiza a receção e análise do certificado de calibração, com base no procedimento dos certificados de calibração e regista essa análise em cada dossier do respetivo equipamento, anexando o respetivo certificado de calibração.

A avaliação dos laboratórios de calibração é efetuada, tendo por base a análise do certificado de calibração e a observação e o desempenho desses laboratórios. A avaliação dos laboratórios de calibração é registada na folha de registo dos Fornecedores Qualificados (já mencionado no item 2.2).

O laboratório procede à verificação do estado de calibração dos equipamentos com periodicidade definida em cada dossier de equipamento a realizar dentro dos intervalos das calibrações externas.

A frequência de calibração e de verificação do estado de calibração, são estabelecidas com base em evidências objetivas provenientes de anteriores calibrações que determinam todos os ajustes e manutenções de equipamentos. Qualquer recalibração, ou suspeita de tal, observada por elementos do laboratório é registada no dossier do equipamento respetivo, dando origem a uma ação corretiva [24].

4.5.2. Componente de Amostragem

O laboratório deve ter um plano de amostragem e procedimentos para realizar amostragens, quando realiza amostragens de substâncias, materiais ou produtos para posterior ensaio ou calibração. O plano de amostragem, tal como o procedimento para realizara amostragens, devem estar disponíveis no local onde esta atividade se realiza. Os planos de amostragem devem basear-se em métodos estatísticos apropriados, sempre que for razoável. O processo de amostragem deve especificar os fatores a controlar, para garantir a validade dos resultados do ensaio ou calibração.

A amostragem é um procedimento definido pela qual é recolhida uma parte de uma substância, material ou produto, que proporcione uma amostra representativa do todo para ensaio ou calibração. A amostragem poderá ser também requerida pela especificação segundo a qual a substância, material ou produto, vai ser ensaiado ou calibrado. Em certos casos (por exemplo, em análises forenses), a amostra poderá não ser representativa, mas determinada pela disponibilidade.

Os procedimentos de amostragem deverão descrever a seleção, o plano de amostragem, a recolha e preparação da amostra ou amostras de uma substância, material ou produto, a fim de produzir a informação necessária [25,26].

Apesar de a amostragens não estar no âmbito de acreditação do laboratório do IDAD, mas por este considerar que é um item importante na estimativa da incerteza do resultado do ensaio ou calibração, é efetuado o seguinte controlo de qualidade:

4.3.2.1.Amostragem de Efluentes Gasosos: Para este tipo de amostragem já é definido nas normas de referência quais os procedimentos de Controlo de Qualidade associados; Em caso de omissão, o Laboratório do IDAD tem evoluído na realização das boas práticas de amostragem, ou seja realizando as condições mínimas do controlo de qualidade na componente de amostragem (verificação dos equipamentos, realização de brancos de amostragem).

4.3.2.2. Amostragem de Águas e Efluentes Líquidos: Neste tipo de amostragem raramente são definidos os procedimentos de controlo de Qualidade, por isso o laboratório do IDAD tenta minimizar todos os erros que possam existir nesta fase de recolha da substância, material ou produto a ensaiar ou calibrar. Em situ são lidos habitualmente o pH e o oxigénio dissolvido. Para este tipo de parâmetros, é realizado o seguinte Controlo de Qualidade:

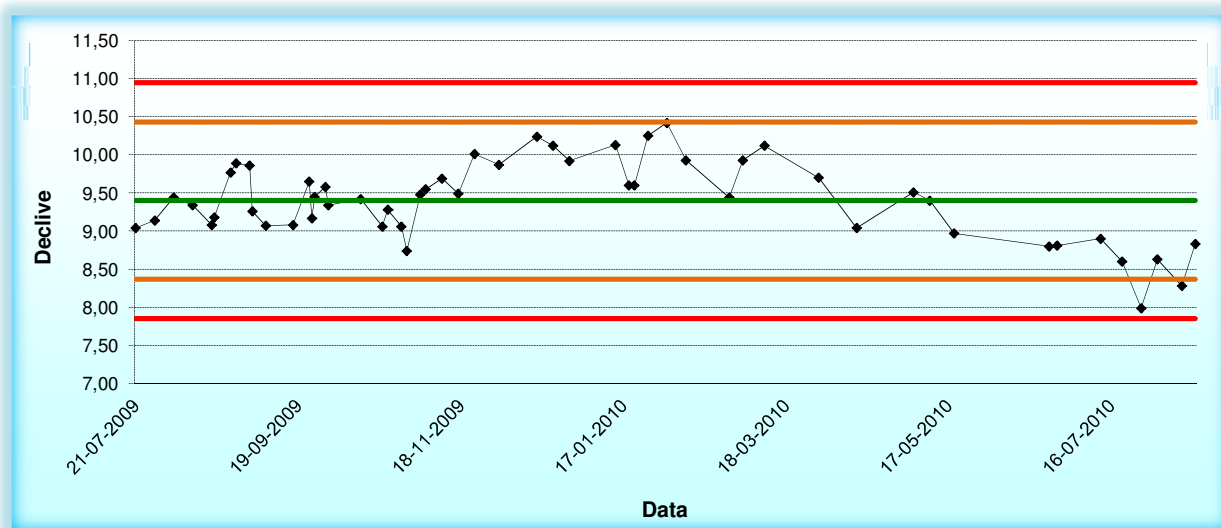
a) Verificação do Estado de Calibração dos Equipamentos:

Sensor pH: A calibração é efetuada com duas das quatro soluções tampão de pH 2,00, 4,01, 7,00 e 10,01, consoante a gama de medida que se pretende para as leituras a efetuar. Esta calibração é efetuada sempre antes de cada amostragem. Para o controlo são utilizadas as soluções tampão de pH 5,00 ou 7,00.

Sensor de O₂: Para o sensor de O₂ efetua-se o controlo do declive, dos teores baixo e elevado de O₂.

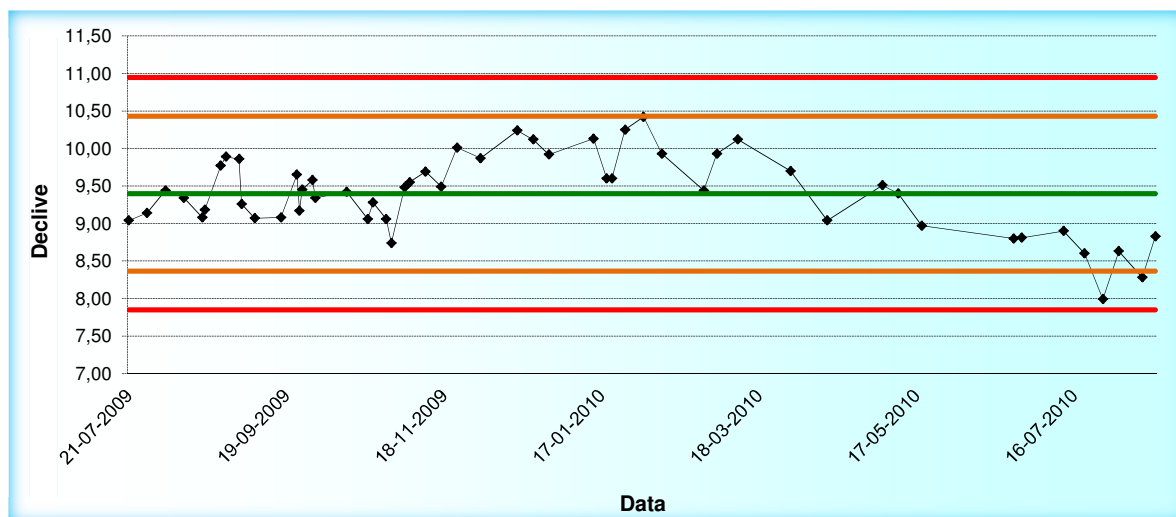
O teor baixo de O₂ é verificado com uma solução de bissulfito de sódio, 60g/l semanalmente, enquanto que o teor elevado de O₂ é verificado com a sonda em contacto com o ar ou na cápsula ar/água (que protege o sensor) sempre antes de cada amostragem e por série de leituras de amostras.

Em seguida são representadas cartas de controlo usadas para o controlo dos teores baixos e elevados de O₂ existentes em rotina no Laboratório.



| | | | |
|----------------------|-------|-----|--------------------|
| LCS _x = | 10,95 | LC= | Limite de controlo |
| LAS _x = | 10,43 | LA= | Linha de aviso |
| X _{média} = | 9,40 | S= | Superior |
| LAI _x = | 8,37 | I= | Inferior |
| LCL _x = | 7,85 | | |

Figura 8 – Carta de controlo do teor elevado de oxigénio (O₂)



| | | | |
|----------------------|-------|-----|--------------------|
| LCS _x = | 0,070 | LC= | Limite de controlo |
| LAS _x = | 0,060 | LA= | Linha de aviso |
| X _{média} = | 0,040 | S= | Superior |
| LAI _x = | 0,010 | I= | Inferior |
| LCI _x = | 0,000 | | |

Figura 9 – Carta de controlo do teor baixo de oxigénio (O₂)

Esta verificação mais exaustiva ao sensor de O₂ é o procedimento mais recente (sensivelmente 2 anos) que o laboratório do IDAD efetua, e teve origem em oportunidades de melhoria provenientes de auditorias internas e IPAC.

b) Duplicados de amostras para a leitura do pH:

Esta medida é usada para estimar a precisão do resultado e realizada por série de leituras de amostras.

c) Padrão de Controlo para a leitura do pH:

O laboratório procede á leitura de vários padrões de controlo na gama de leitura das amostras para garantir que não existiu desvio do equipamento após a sua verificação;

4.5.3. Método CQO - Método Interno do IDAD

4.5.3.1. Duplicados

Todas as amostras são analisadas em duplicado.

O controlo é efetuado com base nos limites calculados (carta de amplitudes relativas) para cada uma das gamas de trabalho (3 gamas existentes no Laboratório do IDAD – gama baixa, média e alta). O resultado final da amostra analisada em duplicado é a média aritmética dos dois resultados obtidos, desde que a diferença relativa entre eles cumpra os critérios de aceitação definidos nas cartas de controlo.

Para a definição dos limites o critério de aceitação inicial é de 90 -110% do valor esperado.

No caso de a diferença relativa não cumprir os critérios de aceitação definidos, procede-se á repetição da análise em duplicado.

Em seguida é representada a carta de controlo usada para o controlo dos duplicados, existente em rotina no Laboratório.

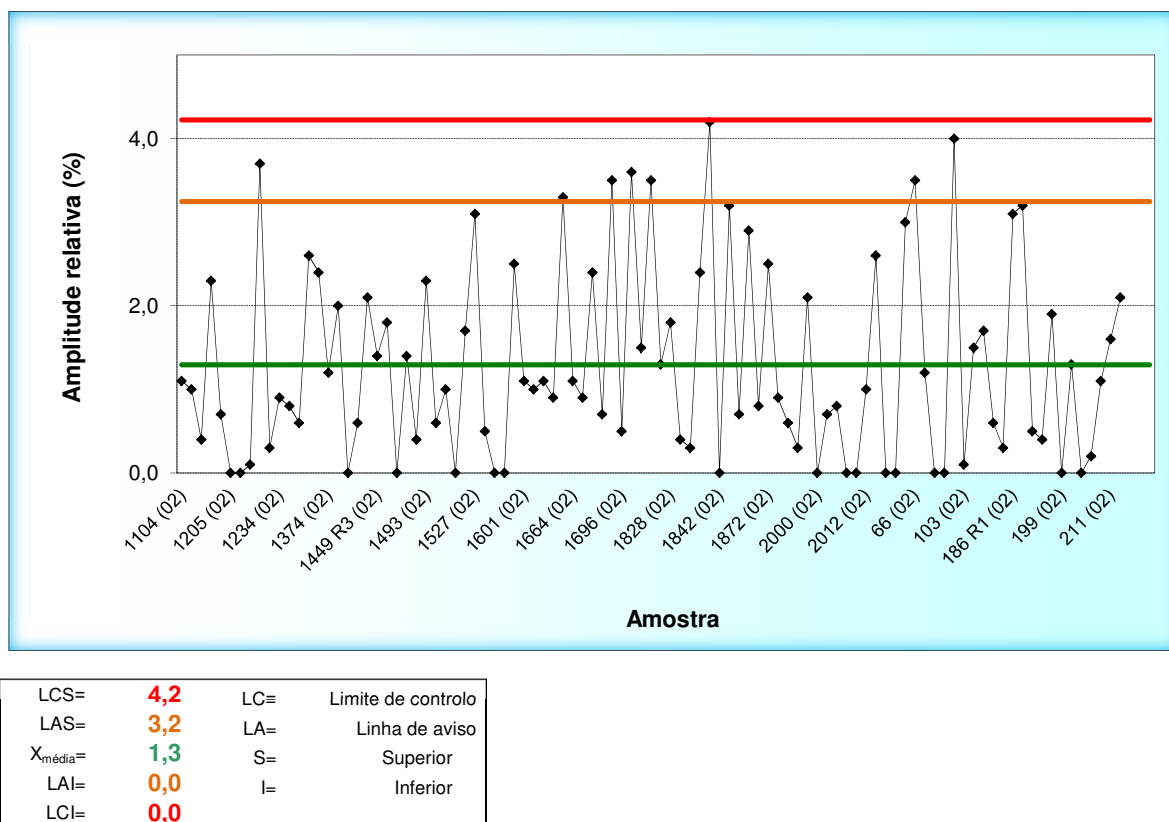


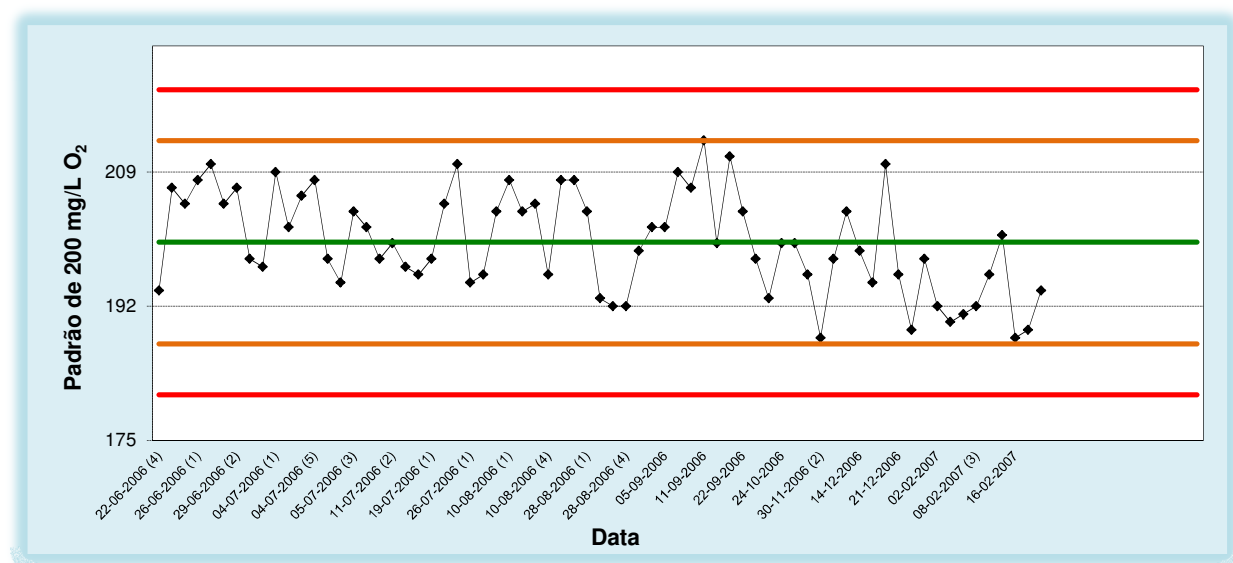
Figura 10 – Carta de controlo de duplicados na análise de CQO.

4.5.3.2. Padrões de Controlo

Prepara-se um ou mais padrões de controlo, a partir de soluções adquiridas comercialmente, de acordo com a gama de trabalho e a concentração prevista para as amostras a analisar.

O controlo é efetuado com base nos limites calculados, para cada uma das gamas de trabalho. Para a definição dos limites o critério de aceitação inicial é de 90 -110% do valor esperado. No caso de o valor obtido se encontrar fora dos limites de controlo, analisa-se de novo o padrão, ou se necessário preparar outro padrão.

Em seguida é representada a carta de controlo usada para o controlo dos Padrões de Controlo, existente em rotina no Laboratório.



| | | | |
|----------------------|-----|-----|--------------------|
| LCS _x = | 219 | LC= | Limite de controlo |
| LAS _x = | 213 | LA= | Linha de aviso |
| X _{média} = | 200 | S= | Superior |
| LAI _x = | 187 | I= | Inferior |
| LCI _x = | 181 | | |

Figura11 – Carta de controlo do padrão 200 mg/L O₂

4.5.3.3. Limiar Analítico

O limiar analítico utilizado é o limite de quantificação (LQ), estimado a partir de um padrão vestígio, com avaliação da precisão (através do coeficiente de variação, CV, expresso em percentagem) e da exatidão (através do erro relativo, ER, expresso em percentagem) de um conjunto de pelo menos 10 leituras desse padrão (com critério de aceitação de 85-115% do valor esperado). Ambos os parâmetros de avaliação (ER e CV) devem ser $\leq 10\%$

4.5.3.4. Ensaio de Recuperação

Realização, no mínimo, 1 amostra fortificada por cada 20 amostras analisadas.

A % de recuperação é calculada através da equação:

$$\frac{(\text{Resultado da amostra fortificada}) - (\text{Resultado da amostra})}{\text{Concentração conhecida adicionada}} \times 100\%$$

No caso de a amostra ter um teor de CQO inferior ao limite de quantificação, calcular a % de recuperação substituindo o “Resultado da amostra” por zero e pelo limiar analítico, expressando o resultado na forma de intervalo.

O critério de aceitação para a % recuperação é de 80-120 %. Se necessário é efetuada a repetição da análise, de modo a cumprir o critério definido para a frequência de realização da recuperação.

4.5.4. Método de análise de metais em águas e efluentes líquidos

4.5.4.1. Sensibilidade (Absorvência característica)

No ajuste com o padrão de concentração conhecida a absorvência para cada elemento deve ser ≥ 80 e $\leq 120\%$ do valor esperado para atomização por Chama.

No ajuste com o padrão de concentração conhecida a absorvência para cada elemento deve ser comparada com o histórico do laboratório para atomização por Gerador de Hidretos.

- Para atomização Eletrotérmica (Câmara de Grafite), no ajuste com o padrão de concentração conhecida a absorvência deve ser ≥ 80 e $\leq 120\%$ do valor esperado ou outro definido para o elemento em questão.
- No caso de a absorvência não cumprir o critério de aceitação definido, procede-se à otimização através dos ajustes/verificações do equipamento.

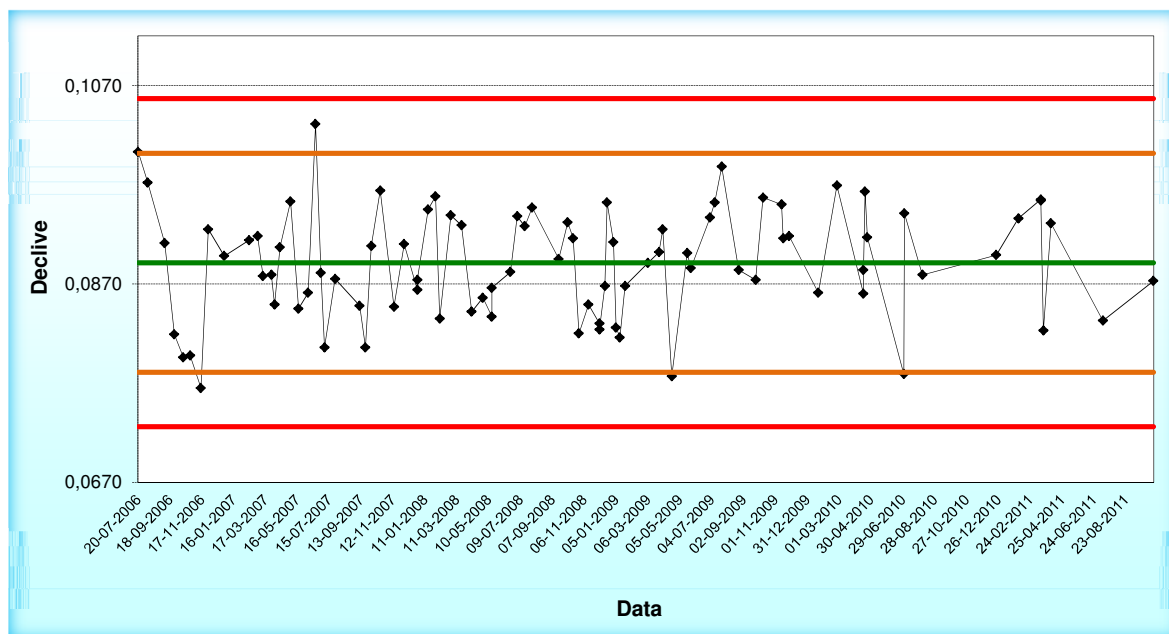
4.5.4.2. Curva de calibração/Linearidade

O controlo da linearidade é efetuado através de:

- O quadrado do coeficiente de correlação: $\geq 0,995$;
- Declive da curva: aceitação com base nos limites de controlo calculados com base em cartas de controlo.

No caso do não cumprimento dos critérios de aceitação da curva, repete-se a calibração e se necessário, a preparação dos padrões de calibração.

Em seguida é representada a carta de controlo usada para o controlo dos Declives, existente em rotina no Laboratório, para um metal em atomização por Chama (Ferro em Águas e Efluentes Líquidos).



| | | | |
|----------------------|--------|-----|--------------------|
| LCS= | 0,1057 | LC= | Limite de controlo |
| LAS= | 0,1001 | LA= | Linha de aviso |
| $X_{\text{média}}$ = | 0,0891 | S= | Superior |
| LAI= | 0,0781 | I= | Inferior |
| LCI= | 0,0726 | | |

Figura 12 – Carta de controlo de declive da curva de calibração para a análise de Fe

4.5.4.3. Reprodutibilidade

Percentagem de desvio padrão relativo ($\% \text{ RSD}$) $\leq 10\%$ para 5 réplicas (para atomização por Chama e Gerador de Hidretos) e 3 réplicas (para atomização Electrotérmica) da mesma amostra ou padrão. São exceções a este critério valores de absorvência próximos de zero.

Este parâmetro é controlado através de indicação fornecida pelo equipamento Repetir se necessário, de modo a cumprir o critério de aceitação.

4.5.4.4. Branco

Branco de calibração: O controlo é efetuado em absorvência em função do sinal do primeiro padrão da curva. No caso do não cumprimento repetir a leitura e se necessário preparar outro branco.

Branco digerido: Realização, no mínimo, de um branco por cada série de amostras analisadas. Os parâmetros de controlo para os brancos digeridos são:

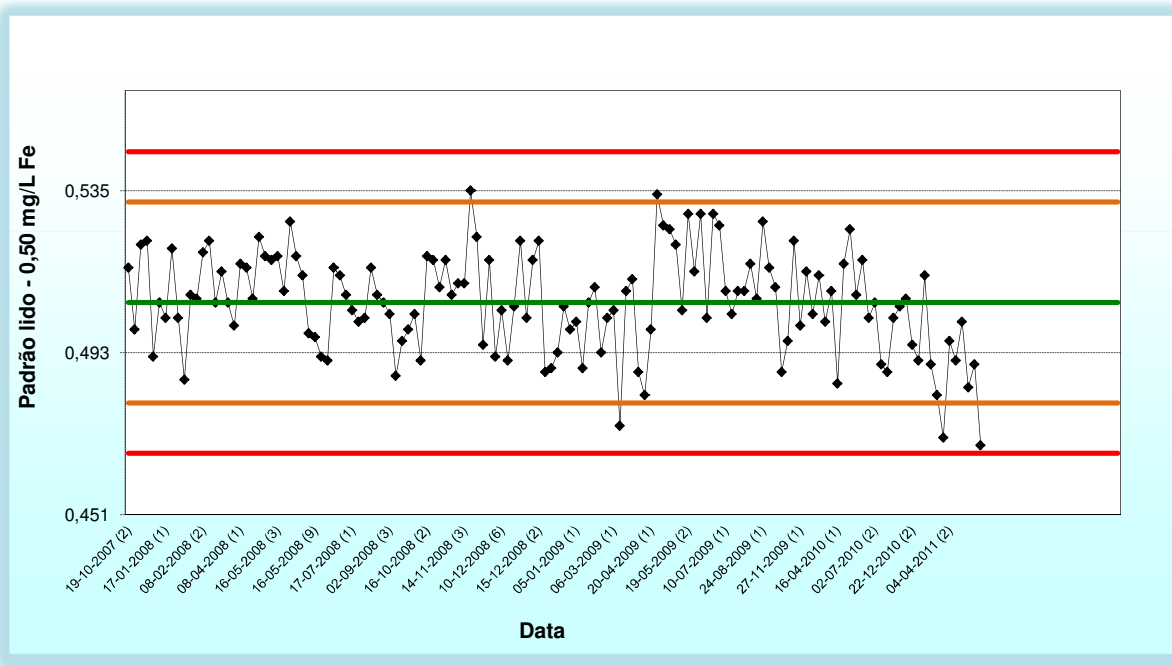
- A concentração do branco digerido deverá ser inferior ou igual a $1/3,3$ da concentração do primeiro padrão da curva. No caso do não cumprimento dos critérios de aceitação a absorvência do branco deverá ser subtraída à absorvência das amostras.
- A absorvência máxima do branco digerido deverá ser inferior ou igual a 20% da absorvência das amostras quantificadas. No caso do não cumprimento do critério definido, repetir a análise do branco.

Branco fortificado digerido: Realização, no mínimo, de um branco fortificado por cada série de amostras analisadas. Os resultados dos brancos fortificados digeridos devem cumprir o critério estabelecido para os padrões de controlo com a mesma concentração. No caso do não cumprimento repetir a digestão e análise do branco e das amostras afetadas.

4.5.4.5. Padrões de controlo

Entre uma série de no máximo 10 amostras analisa-se um padrão de controlo. O controlo é efetuado com base nos limites calculados através de cartas de controlo. No caso de o valor obtido se encontrar fora dos limites de controlo, prepara-se novo padrão. Se necessário repetir a sequência de amostras até à última validação com o padrão, ou repetição da calibração.

Em seguida é representada a carta de controlo usada para o controlo do Padrão de Controlo, existente em rotina no Laboratório, para um metal em atomização por Chama (Ferro em Águas e Efluentes Líquidos).



| | | | |
|---------------|-------|-----|--------------------|
| LCS= | 0,545 | LC= | Limite de controlo |
| LAS= | 0,532 | LA= | Linha de aviso |
| $X_{média}$ = | 0,506 | S= | Superior |
| LAI= | 0,480 | I= | Inferior |
| LCL= | 0,467 | | |

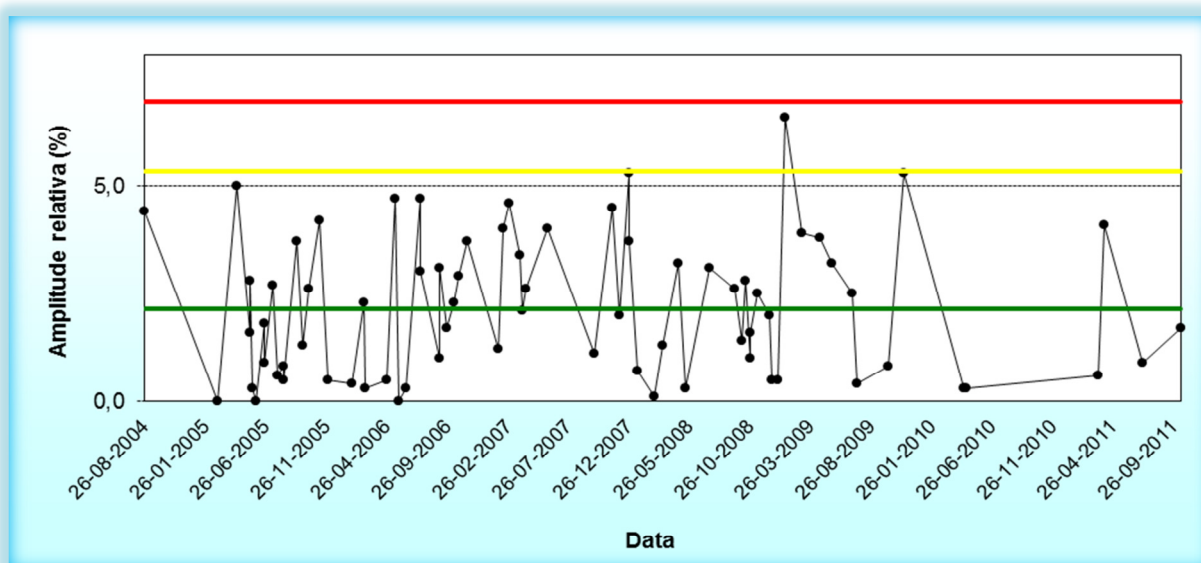
Figura 13 – Carta de controlo do padrão controlo de 0,50 ppm de Fe

4.5.4.6. Duplicados

Realização, no mínimo, de uma amostra em duplicado por cada 20 amostras analisadas. Para os metais cujos limites de controlo se encontrem calculados, efetua-se o controlo com base nesses limites. Para os metais que ainda não têm resultados suficientes para calcular os limites de controlo, a diferença relativa entre duplicados deve ser $\leq 10\%$ (para resultados quantificáveis).

O resultado final da amostra analisada em duplicado é a média aritmética dos dois resultados obtidos, desde que a diferença relativa entre eles cumpra os critérios de aceitação definidos. No caso de a diferença relativa obtida não cumprir os critérios de aceitação definidos, repete-se a análise em duplicado.

Em seguida é representada a carta de controlo usada para o controlo dos Duplicados, existente em rotina no Laboratório, para um metal em atomização por Chama (Ferro em Águas e Efluentes Líquidos).



| | | | |
|----------------------|-----|-----|--------------------|
| LCS= | 6,7 | LC= | Limite de controlo |
| LAS= | 5,2 | LA= | Linha de aviso |
| X _{média} = | 2,1 | S= | Superior |
| LAI= | 0,0 | I= | Inferior |
| LCI= | 0,0 | | |

Figura 14 – Carta de controlo de duplicados na análise de Fe

4.5.4.7. Limiar analítico

O limite de quantificação, L.Q. é calculado com base no primeiro padrão da curva de calibração com avaliação da precisão (através do coeficiente de variação, CV, expresso em percentagem) e da exatidão (através do erro relativo, ER, expresso em percentagem) de um conjunto de pelo menos 10 leituras desse padrão. Ambos os parâmetros de avaliação (ER e CV) devem ser $\leq 10\%$.

O L.Q. deverá ser verificado em cada sessão de trabalho (pelo menos uma leitura), servindo também como padrão de controlo (além do padrão de controlo existente).

4.5.4.8. Ensaio de Recuperação

Realização, no mínimo, 1 amostra fortificada por cada 20 amostras analisadas. Adiciona-se concentrações do analito \geq a aproximadamente 2 vezes a concentração presente na amostra. Se necessário diluir a amostra. Limitar a adição do padrão a 5%, ou menos, do volume da amostra.

A % de recuperação é calculada através da equação:

$$\frac{(\text{Resultado da amostra fortificada}) - (\text{Resultado da amostra})}{\text{Concentração conhecida adicionada}} \times 100\%$$

No caso de a amostra ter um teor em metal inferior ao limiar analítico, calcular a % de recuperação substituindo o Resultado da amostra por zero e pelo limiar analítico, expressando o resultado na forma de intervalo. O critério de aceitação para a % recuperação é de 80-120 %. Se necessário repete-se o procedimento de modo a cumprir o critério definido para a frequência de realização da recuperação.

O Laboratório do IDAD para além de todo o controlo de qualidade implementado, procede ao cálculo das incertezas para todos os parâmetros no âmbito da acreditação.

Este procedimento envolve atualizações constantes de maneira a quantificar de uma forma mais real possível estes valores.

4.6. Identificação de aspetos limitantes de interesse do Sistema da Qualidade do laboratório com intuito ao Controlo Ambiental

Numa premissa única poderia ser dito que a implementação de um Sistema da Qualidade visa uma melhor sistematização organizacional e um adequado desempenho técnico, cujo fim é a obtenção de resultados com um nível de qualidade bem caracterizado e uma pequena variação na prestação de serviços. Esta maior disciplina de processos e transparência nas decisões conduz a uma maior credibilidade externa por parte dos clientes.

As vantagens associadas à acreditação podem ser de ordem organizacional, técnicas, éticas e ainda de mercado.

As vantagens organizacionais dizem respeito à imposição de uma certa disciplina no trabalho de gestão e uma constante revisão do Sistema da Qualidade. No fundo, tornam a organização mais sustentável, aumentam a segurança dos colaboradores e também a confiança de potenciais clientes.

As vantagens técnicas não se prendem só com a disciplina de trabalho a nível técnico, estão associadas a uma maior garantia do que se dispõe de pessoal competente, instalações e equipamentos adequados, também a uma maior garantia de que se recorre a métodos convenientemente validados para realizar os seus ensaios e/ou calibrações, a uma constante revisão dos procedimentos operacionais e, sem dúvida, a capacidade de evidenciar a qualidade dos resultados documentando todo o trabalho operacional.

Já as vantagens éticas são bastante subtis e, por isso, são tão poucas vezes referidas. Fala-se em vantagens éticas porque esta forma de trabalhar proporciona critérios de decisão que permitem uma certa imparcialidade no processo de obtenção de resultados e oferece garantia de confidencialidade dos resultados.

As vantagens de mercado são muitas vezes apontadas como aquelas que as organizações mais ambicionam, mas que mais não são do que um reflexo do mercado perante as vantagens anteriores. Estas vantagens estão associadas a uma imagem de

qualidade que o laboratório transmite e à capacidade que o laboratório passa a ter para responder a um mercado mais exigente.

No revés das vantagens existem as dificuldades. O recurso ao termo “dificuldades” ao invés de “desvantagens” tem a ver com o facto de estas serem condição necessária para cumprir o processo de acreditação. Não se tratam por isso de desvantagens mas antes de dificuldades, reflexo de um nível de exigência mais elevado.

Associado à implementação de um Sistema da Qualidade podemos apontar um conjunto de três dificuldades genéricas que são comuns aos vários tipos de laboratórios e independentes da área de atividades destes. Estamos a pensar no “esforço financeiro”, que é habitualmente a primeira dificuldade com que um laboratório toma contacto logo que inicia o processo de implementação do Sistema da Qualidade, também do “volume documental”, que é uma das bases estruturais do Sistema da Qualidade e que apesar de poder ser otimizado não pode ser evitado e, sem dúvida, a rotina de trabalho mais exigente que um Sistema da Qualidade deste género impõe.

Um laboratório para implementar e manter um Sistema da Qualidade ao nível da acreditação tem normalmente de assumir um maior esforço financeiro. Esse esforço financeiro está relacionado com recurso a pessoal de qualificação adequada, planos de formação contínua, auditorias (quer internas, quer externas), ensaios interlaboratoriais, instalações, controlo ambiental, recurso a materiais certificados, padrões de controlo, duplicados e outras formas de controlo de qualidade.

Relativamente à documentação, ela é uma parte indispensável do Sistema da Qualidade, tratando-se do reflexo rigoroso da atividade do laboratório. No sentido de cumprir criteriosamente a norma de referência, os laboratórios menos experimentados na área da acreditação tendem a produzir um excesso de documentação que, em alguns casos, se traduz num enorme atrito ao funcionamento do próprio laboratório. Apesar de com a prática o volume de documentação poder (e dever) ser contraído, ele não poderá ser ultrapassado, tratando-se do mecanismo que por excelência permite evidenciar o Sistema da Qualidade.

Uma outra dificuldade implícita, mas raramente apontada, é a rotina de trabalho mais exigente que um Sistema da Qualidade impõe. A implementação de um Sistema da Qualidade pressupõe um conjunto de operações que têm como objetivo principal demonstrar que o laboratório gera resultados adequados à qualidade exigida, sem grandes flutuações a garantir que, se existir uma falha, ela será prontamente detetada. Para um laboratório cumprir estes objetivos terá de realizar todo um conjunto de operações que permita recolher dados para o controlo da qualidade. Entre essas operações encontram-se: a utilização de padrões de controlo e materiais de referência, a validação de métodos, os ensaios replicados, as verificações e periódicas de equipamentos, a monitorização de parâmetros que possam ter significado no resultado final, entre outros. Além de todos os procedimentos técnicos da qualidade, existem uma série de outros procedimentos que aumentam a exigência de trabalho diário, tais como: o registo documental, a formação contínua do pessoal, etc. [27].

4.6.1. Pontos concretos de dificuldades em que o laboratório do IDAD se deparou desde a acreditação até ao momento

Ao longo destes anos de acreditação do laboratório, o IDAD tem-se deparado com situações de dificuldades em auditorias, tais como:

- Renitência por parte do auditor IPAC ao método de análise para o CQO, uma vez que se trata de um método não referenciado em bibliografia.

Desde 2002 (período de auditorias internas com objetivo no pedido de acreditação) e ao longo de 3 a 4 anos, todas as equipas de auditores IPAC e auditores internos auditavam o método do CQO (através de testes de cuvetes) com algum preconceito, dado que os reagentes são pré preparados, os equipamentos de análise não são espectrofotómetros habituais de rotina, e também devido á falta de conhecimento deste tipo de método.

Nesta situação, o Laboratório do IDAD contrapôs com situações reais de validações do método interno contra método de referência, participações positivas em Ensaio Interlaboratoriais, Controlo de Qualidade Interno adequado às exigências da norma, controlo meteorológico afeto aos equipamentos envolvidos (controlo da temperatura do reator de digestão das amostras).

Na validação do método, foram realizadas análises em paralelo por um dos métodos de referência anteriormente já mencionados (método do refluxo fechado) e pelo método interno do laboratório, a várias soluções padrão de diferentes concentrações de forma a avaliar a exatidão e a precisão dos dois métodos. Para além disso foram realizados estudos para avaliar a influência dos cloretos pelos dois métodos, uma vez que habitualmente o laboratório do IDAD analisa amostras com teores elevados de cloretos, sendo este analito interferente nos dois métodos em questão para análise do CQO, era necessário avaliar a influência deste analito no resultado final. No final desta validação, o laboratório conclui que quer a exatidão quer a precisão eram iguais nos dois métodos, não colocando em causa o método interno implementado no laboratório do IDAD, e relativamente aos cloretos estes métodos eram aplicáveis para amostras com teores de cloretos abaixo de 2g/L.

Neste momento o Laboratório do IDAD é referenciado por entidades e fornecedores como tendo sido o primeiro laboratório nacional a conseguir vencer todas as barreiras e preconceitos associados até à algum tempo relativo à análise de CQO através de testes de cuvetes e ter conseguido a acreditação por este método.

- Para o método da determinação de metais pesados em Emissões Gasosas, é condição da norma o acondicionamento e transporte das amostras a temperatura inferior a 6°C. Dado que até há um ano atrás não existiam laboratórios nacionais acreditados para este tipo de análises, o Laboratório do IDAD procedia ao envio das amostras para a Alemanha, o que, principalmente no Verão dificultava o cumprimento deste requisito normativo. Em auditoria foi levantada esta questão e deixada Não Conformidade. O laboratório do IDAD apesar de achar que este facto não colocava em causa os resultados fornecidos ao cliente, viu-se obrigada a responder ao IPAC de forma a

resolver esta constatação, dado que é um requisito obrigatório da norma de ensaio. Foi necessário realizar análises à mesma amostra em temperaturas diferentes, de forma a poder demonstrar que a influência da temperatura não colocava em causa os resultados obtidos. Foram então realizadas análises em duas situações com condições de temperatura diferentes, uma análise realizada logo após a receção da amostra no laboratório subcontratado (aproximadamente 24 horas), e outra análise uma semana após a entrada das amostras no laboratório subcontratado, e os resultados demonstraram que não existiu diferenças entre as 2 análises efetuadas a temperaturas diferentes, ou sejam os resultados foram iguais nestas diferentes situações. Esta resolução teve como inconveniente principal a questão financeira, dado que cada análise destas amostras tem um custo de cerca de mil euros.

- O acondicionamento das amostras de águas e efluentes líquidos era feito em frigorífico com temperatura não controlada. Desde o início da acreditação, e ao longo de alguns ciclos de auditorias, a questão do não controlo da temperatura do frigorífico foi colocada por diversas vezes. Devido à crescente exigência dos padrões de qualidade, em 2008, em auditoria foi deixada Não Conformidade esta questão. O Laboratório do IDAD viu-se obrigado à substituição do frigorífico por uma solução em que fosse possível o controlo visual da temperatura de operação, dado achar esta questão pertinente para a melhoria contínua da prestação de serviços. Para além do controlo visual, esta questão implicou calibrações anuais por entidade externa acreditada para a temperatura de operação. Este procedimento traduz-se num custo anual de **75€**.
- Uma das obrigаторiedades de uma entidade acreditada é a participação em Ensaios de Comparação Interlaboratoriais por ciclo de acreditação (1 ensaio em cada 3 anos). A participação com desempenho não satisfatório em 2 ensaios consecutivos leva à suspensão da acreditação desse mesmo ensaio. A acreditação é retomada logo após a participação com desempenho satisfatório no primeiro ensaio interlaboratorial. Este facto aconteceu á cerca de 4 anos no Níquel em águas e efluentes líquidos, quando em participações de ensaios interlaboratoriais da entidade Relacre em águas naturais, o resultado era sistematicamente abaixo do limiar analítico do Laboratório do IDAD, tornando assim impossível a conclusividade da participação. O Laboratório do IDAD nesta situação, procedeu á subcontratação deste ensaio a laboratório exterior acreditado e procedeu em simultâneo á inscrição da participação em novos ensaios interlaboratoriais na mesma entidade organizadora e em entidade não nacional (IELAB – Espanha). A IELAB é mais direccionada para ensaios em matrizes de águas residuais que é mais adequado ao âmbito de serviços do Laboratório do IDAD. A acreditação foi retomada logo após 6 meses de suspensão.
- Em 2006 o laboratório teve a suspensão da acreditação das dioxinas e Furanos em Emissões Gasosas, devido ao facto do laboratório não estar acreditado para o parâmetro O₂ pelo paramagnetismo. O O₂ pelo paramagnetismo é requisito obrigatório da norma das dioxinas, e o facto de este parâmetro não estar acreditado, no entender da equipa auditora, colocava em causa a garantia dos resultados das dioxinas e furanos. O Laboratório do IDAD solicitou de imediato o pedido de extensão para a determinação

de O₂ pelo paramagnetismo. A acreditação foi retomada logo após 6 meses de suspensão.

Em todas as situações de dificuldade, o Laboratório do IDAD teve uma posição face ao constatado de demonstrar que a rotina implementada no Laboratório do IDAD obedece a padrões de qualidade exigentes, mas que dada a pertinência em algumas questões, esteve sempre aberto à mudança contribuindo assim para a melhoria contínua do sistema.

O IDAD também constatou que durante estes quase 10 anos de acreditação a falta de uniformização de informação transmitida por parte do IPAC às equipas de auditores, levou com que não existisse uniformização nas constatações levantadas nas várias auditorias pelos diferentes auditores.

5. Conclusões

Com base nos estudos realizados são feitas as seguintes conclusões:

- É fundamental conhecer as bases do sistema de gestão da qualidade dos laboratórios de ensaio e calibração visando a sua implantação e implementação ao longo do tempo;
- A implementação e manutenção de um sistema de gestão da qualidade laboratorial e o seu reconhecimento, por meio da acreditação, são fundamentais para a manutenção da competitividade de laboratórios e a garantia dos resultados por ele emitidos;
- O aumento da competitividade e a aceitação de resultados dos laboratórios acreditados nos países que possuam acordos de reconhecimento mútuo com o Organismo de Acreditação passam a ter maiores oportunidades no mercado globalizado;
- Os erros mais frequentes cometidos durante o processo de implementação de um Sistema da Qualidade podem ser classificados em dois grupos principais, que estão relacionados com a passagem da norma para o MQ e do MQ para a prática. Na primeira passagem os erros estão necessariamente associados a uma má interpretação da norma, ao passo que na segunda a uma má interpretação do Manual da Qualidade;
- A principal vantagem da implementação de um Sistema da Qualidade é a capacidade que o laboratório passa a ter para evidenciar o nível de qualidade com que trabalha. Como consequência desta temos uma série de outras vantagens que podem variar com o tipo de laboratórios: trabalhar com um conjunto de clientes mais seletivo, alargar o seu serviço a um maior leque de clientes, melhorar a imagem do laboratório, cumprir determinadas especificações legais, entre outras;
- Associados à implementação de um Sistema da Qualidade podemos apontar um conjunto de três dificuldades genéricas que são comuns aos vários tipos de laboratórios e independentes da área de atividades destes. Estamos a pensar no “esforço financeiro”, que é habitualmente a primeira dificuldade com que um laboratório toma contacto logo que inicia o processo de implementação do Sistema da Qualidade, e ao longo da sua manutenção. Neste trabalho foi demonstrado custos que o Laboratório do IDAD teve

com dificuldades com que se deparou em algumas situações de auditoria, estes custos rondaram os **1100€** relativos a 2 pontos concretos de dificuldades. O “volume documental” é outra dificuldade que é apontada, uma vez que apesar de este poder ser otimizado não pode ser evitado e, sem dúvida, a rotina de trabalho mais exigente é a terceira dificuldade que se pode nomear.

- É fundamental aquando da escolha da metodologia analítica para uma determinada análise, ponderar a parte ambiental, de forma a minimizar o impacto no ambiente. Para além desta preocupação, é necessário fornecer ao cliente um resultado válido e credível com um custo financeiro o mais baixo possível para o laboratório, sem colocar em causa a credibilidade do mesmo. Como foi demonstrado neste trabalho, nem sempre é possível metodologia alternativa de análise, mas é sempre possível implementar ações de sensibilização para redução de resíduos e custos financeiros num laboratório acreditado. No primeiro caso, o laboratório do IDAD, com a implementação de um método alternativo para a análise de CQO em Águas e Efluentes Líquidos, reduziu os gastos em gestão de resíduos em cerca de **2000 €**, enquanto que a implementação de ações de sensibilização para redução de resíduos na análise de metais na mesma matriz, reduziu em cerca de 272 € os gastos com a gestão dos resíduos;

6. Referências

- [1] ILAC – International Laboratory Accreditation Cooperation. Área do utilizador. [Consult. 12 Janeiro 2012]
Disponível na internet: <URL:[http:// www.ilac.org](http://www.ilac.org).
- [2] João A. S. de Almeida, Ângela de Carvalho Pires - “Acreditação: Vantagens e dificuldades da implementação de um Sistema da Qualidade num laboratório de ensaio e/ou calibração”,(Junho 2006), p.34- 35;
- [3] R.J.N.Bettencourt da Silva -“Modelação do desempenho de métodos analíticos complexos”, (2004), p. 32 – 33;
- [4] Stephen Ellison, William Hardcastle - “Accreditation and Quality Assurance: Journal for Quality, Comparability and Reability in Chemical Measurement”, Vol.8 (2003), p.33
- [5] ILAC – International Laboratory Accreditation Cooperation - “why use an accreditation laboratory?”, p.1 –2. [Consult. 12 Janeiro 2012].
Disponível na internet: <URL:http://www.cala.ca/ilac_why_use_an_accredited_lab.pdf.
- [6] ILAC – International Laboratory Accreditation Cooperation - “why use an accreditation laboratory?”, p.1 [Consult. 12 Janeiro 2012].
Disponível na internet: <URL:http://www.cala.ca/ilac_why_use_an_accredited_lab.pdf.
- [7] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia para aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 (OGC001) ”, (2010), p.4 – 6;
- [8] João A. S. de Almeida, Ângela de Carvalho Pires - “Acreditação: Vantagens e dificuldades da implementação de um Sistema da Qualidade num laboratório de ensaio e/ou calibração”,(Junho 2006), p. 35- 39;
- [9] João A. S. de Almeida, Ângela de Carvalho Pires - “Acreditação: Vantagens e dificuldades da implementação de um Sistema da Qualidade num laboratório de ensaio e/ou calibração”, (Junho 2006), p.34;
- [10] Instituto Português de Acreditação (IPAC) -”NP EN ISO/IEC 17025:2005, Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração”, (2005), p. 7;
- [11] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Diretório de Entidades Acreditadas”, Área do utilizador. [Consult. 12 Janeiro 2012]
Disponível na internet: <URL: <http://www.ipac.pt>
- [12] Instituto do Ambiente e Desenvolvimento (IDAD) - “Manual da Qualidade do Laboratório do IDAD”, Edição 3, Capítulo 5 (Março 2012), p. 1-5;
- [13] Instituto do Ambiente e Desenvolvimento (IDAD) - “Manual da Qualidade do Laboratório do IDAD”, Edição 3, Capítulo 6 (Março 2012), p.3;
- [14] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Anexo Técnico de Acreditação Nº 03/L.348”, (2003);
- [15] Hach – Lange. Área do utilizador. [Consult. 12 Janeiro 2012]
Disponível na internet: <URL:[http:// WWW.hach-lange.pt](http://WWW.hach-lange.pt);

- [16] American Public Health Association, Water Environment, American Water Works Association - “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, Capítulo 5 (2005), p. 14-19;
- [17] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia Relacre 9 – Alguns Exemplos de Cartas de Controlo em laboratórios de Análise Química”, (1998), p. 4;
- [18] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia para acreditação de laboratórios químicos, OG002”, (2011), p.10 – 11;
- [19] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia para acreditação de laboratórios químicos, OG002”, (2011), p. 11;
- [20] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia Relacre 7 – Ensaios Interlaboratoriais em Química”, (1996), p. 1 – 5;
- [21] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia Relacre 13 – Validação de métodos internos de ensaio em análise química”, (2000), p.38 – 40;
- [22] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Guia Relacre 13 – Validação de métodos internos de ensaio em análise química”, (2000), p. 34 – 38;
- [23] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “NP EN ISO/IEC 17025:2005, Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração”, (2005), p. 26- 27;
- [24] Instituto do Ambiente e Desenvolvimento (IDAD) - “Manual da Qualidade do Laboratório do IDAD”, Edição 3, Capítulo 9 (Março de 2012), p.5
- [25] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Anexo Técnico de Acreditação N° 03/L.348”, (2003);
- [26] Instituto Português de Acreditação (IPAC) - “Anexo Técnico de Acreditação N° L0313-1”, (2010);
- [27] João A. S. de Almeida, Ângela de Carvalho Pires - “Acreditação: Vantagens e dificuldades da implementação de um Sistema da Qualidade num laboratório de ensaio e/ou calibração”, (Junho 2006), p.35- 39
- [28] Instituto do Ambiente e Desenvolvimento (IDAD) - “Manual da Qualidade do Laboratório do IDAD”, Edição 3, Capítulo7 (Março de 2012), p.1-11

ANEXOS

Anexo I

Sistema da Qualidade do laboratório do IDAD [28]

1. Responsabilidades

As atribuições de cada elemento indicado na figura 1 deste trabalho são as especificadas no quadro seguinte:

| Função | Responsabilidades |
|--------------------------|---|
| Representante da Direção | <p>Por delegação do Diretor do IDAD e em colaboração estreita com este, define e zela pelo cumprimento das condições definidas na política e objetivos da qualidade.</p> <p>Funciona como elemento de ligação entre a Direção do IDAD e o laboratório.</p> <p>Exerce funções de assessoria ao Diretor do IDAD na análise de documentos do Sistema da Qualidade, sua interpretação e avaliação. Assume um papel executivo em atividades atribuíveis à Direção, nomeadamente, na gestão e aquisição de recursos humanos e técnicos, e na definição das estratégias globais de funcionamento do IDAD, incluindo as relacionadas com a Qualidade.</p> <p>Define as estratégias a seguir na área laboratorial quanto aos serviços a prestar.</p> <p>Seleciona e aprova a escolha dos recursos humanos do laboratório.</p> <p>Aprova a compra de equipamento, material, reagentes e consumíveis para o Laboratório.</p> <p>Aprova os planos de formação, quer na área técnica quer na área da qualidade.</p> <p>Valido o envio de propostas aos clientes.</p> <p>Aprova o manual da Qualidade e todos os documentos de apoio relacionados ao Sistema da Qualidade.</p> <p>Responsável pela Revisão do Sistema de Gestão da Qualidade.</p> |
| Responsável da Qualidade | <p>Garante a implementação do Sistema da Qualidade em respeito com o clausulado na NP EN ISO/IEC 17025 e o seu acompanhamento sistemático, tendo acesso ao mais nível da gestão onde sejam tomadas decisões sobre a política e os recursos do Laboratório.</p> <p>Elabora os documentos da Qualidade e todos os documentos no âmbito da Qualidade</p> <p>Disponibiliza todos os documentos afetos ao Laboratório.</p> <p>Atualiza a lista de documentos externos e internos.</p> <p>Avalia e identifica as necessidades de formação em Qualidade dos elementos do Laboratório.</p> <p>Elabora o Plano de Formação, Plano de Ações preventivo, Plano de Intercomparação Laboratorial, Lista de Fornecedores Classificados.</p> <p>Avalia as reclamações e sugestões de melhoria, efetuando os contactos com os clientes.</p> <p>Avalia a existência de trabalho não conforme e nos casos aplicáveis, participa a situação ao cliente.</p> |

| | |
|-------------------------|--|
| | <p>Responsável pelo tratamento das não conformidades e estabelecimento de correções e ações corretivas.</p> <p>Avalia a pertinência da emissão de Relatórios de Ensaio e Boletins de Análise corrigidos e segundas vias dos mesmos e responsabiliza-se pelo seu envio aos clientes.</p> <p>Analisa os resultados da participação do Laboratório nos ensaios de intercomparação.</p> <p>Participa na reunião de Revisão do sistema da Qualidade.</p> |
| Responsável Laboratório | <p>No que às competências técnicas diz respeito, garante a implementação do Sistema da Qualidade em respeito do clausulado na NP EN ISO/IEC 17025 e o seu acompanhamento sistemático, tendo acesso ao mais alto nível da gestão onde sejam tomadas decisões sobre a política e os recursos do Laboratório.</p> <p>Define os mecanismos gerais de funcionamento do Laboratório tendo em conta as várias vertentes que o constituem, designadamente as da Qualidade, em articulação com o Responsável da Qualidade.</p> <p>Define os mecanismos para a implementação prática das estratégias definidas pelo Representante da Direção no âmbito da atividade laboratorial.</p> <p>Avalia e identifica as necessidades de recursos (humanos, equipamento e material) no Laboratório.</p> <p>Aprova os documentos do Sistema da Qualidade relativos à execução técnica do trabalho no laboratório.</p> <p>Avalia e identifica as necessidades de formação técnica dos elementos do laboratório.</p> <p>Decide sobre o pedido das autorizações e acesso ao laboratório por elementos estranhos ao seu funcionamento.</p> <p>Participa na reunião de Revisão do sistema da Qualidade.</p> |

2. Âmbito do Sistema de Gestão da Qualidade

O Sistema da Qualidade do IDAD abrange as atividades realizadas nas instalações permanentes e as atividades realizadas no exterior quando a amostragem e/ou colheita de amostras se encontra a cargo do Laboratório.

3. Compromisso com a Política da Qualidade, Independência e Imparcialidade

Todos os elementos do IDAD comprometem-se a atuar de acordo com as condições da política da Qualidade.

Todos os elementos do Laboratório do IDAD estão livres de todo o tipo de pressões, internas e externas, não havendo interferências entre as diferentes atividades do IDAD.

Nas situações em que a prestação de serviços possa ser considerada como uma ameaça à imparcialidade das diferentes atividades do IDAD será efetuada pelo Secretário-Geral uma análise cuidada, avaliação de causas e ações a implementar, de modo a garantir o cumprimento dos princípios de competência, responsabilidade, confidencialidade, imparcialidade e independência, assumindo a

documentação do referido e estabelecendo metodologias para a garantir a inexistência de conflitos de interesse.

4. Obrigações decorrentes da Acreditação

São obrigações do Laboratório do IDAD decorrentes da Acreditação:

- Satisfazer a todo o momento os requisitos da ISO/IEC 17025 e outros critérios prescritos pelo organismo da acreditação;
- Declarar que se encontra acreditado apenas para os ensaios para os quais lhe foi concedida a acreditação, sendo os mesmos realizados em conformidade com os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 e outros critérios prescritos pelo organismo da acreditação;
- Suportar os encargos relativos à instrução do processo de candidatura, cotas de associado, auditorias, acompanhamentos, e outros serviços de carácter menos regular, determinados pelo organismo de acreditação, atendendo aos custos envolvidos;
- Não fazer uso da acreditação de maneira a pôr em causa a boa reputação do organismo de acreditação e não fazer qualquer declaração menos clara sobre o âmbito da acreditação que o organismo de acreditação possa, de um modo razoável, considerar indevida;
- Cessar de imediato toda e qualquer atividade relativa à acreditação bem como toda a espécie de publicidade que de qualquer modo esteja relacionada com acreditação quando esta lhe for retirada;
- Tornar bem claro em qualquer contrato com os clientes que a acreditação do Laboratório ou qualquer relatório de ensaios não constituem ou implicam, de modo algum, por si sós, a aprovação do produto pelo organismo da acreditação ou por qualquer outro organismo;
- Esforça-se por garantir que nenhum relatório de ensaios ou parte de um relatório possam ser utilizados pelo cliente para fins de promoção ou publicitários, nos casos considerados indevidos pelo organismo de acreditação. O relatório de ensaios não deve, em caso algum, ser reproduzido parcialmente sem a autorização expressa do organismo de acreditação ou do Laboratório de ensaios;
- Informar de imediato o organismo de acreditação sobre quaisquer alterações que possam por em causa a sua conformidade com os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 e com quaisquer outros que possam afetar a capacidade ou o domínio da atividade do Laboratório de ensaios.

5. Acesso ao Laboratório

Todas as pessoas que figuram no ficheiro de pessoal do IDAD têm acesso ao Laboratório sem necessitarem de autorização específica. Nestes casos incluem-se os elementos que pertencem ao laboratório assim como as pessoas ligadas às atividades de projetos, secretaria e contabilidade.

O acesso ao Laboratório do IDAD por elementos externos ao seu funcionamento carece de autorização do Responsável do Laboratório. Os elementos externos confirmam, por assinatura, a tomada de conhecimento da Política da Qualidade, comprometendo-se a respeitar as práticas instituídas no laboratório, não interferindo no trabalho dos analistas e obrigando-se à confidencialidade da informação a que tiver acesso.

O acesso ao laboratório das empresas de carácter permanente (por exemplo, serviços de informática) é autorizado mediante a assinatura de um Compromisso de Confidencialidade estabelecido entre a empresa e a gestão do Laboratório.

6. Postos de Trabalho

Os postos de Trabalho associados à **atividade técnica** do laboratório compreendem o Responsável do Laboratório, Técnicos analistas, Responsáveis de Área e Técnicos de Amostragem.

As responsabilidades e a principais atividades atribuídas a cada um dos postos de trabalho encontram-se explicitadas no quadro seguinte:

| Função | Responsabilidades |
|--------------------------|---|
| Representante da Direção | Responsável pela elaboração da Agenda de Trabalho, atribuindo aos Técnicos de Amostragem as tarefas associadas à realização das amostragens/colheitas. |
| Responsável da Qualidade | Estabelece os intervalos de calibração, com base em evidências objetivas provenientes de anteriores calibrações e nos requisitos técnicos e normativos. Responsável pela elaboração do plano de Calibração. Responsável pela análise e aceitação das calibrações efetuadas. |
| Responsável Laboratório | Assegura que o pessoal que verifica os equipamentos possui treino e experiência adequados ao desempenho dessa função; Responsável pelo controlo e conservação de dados; Coordena as atividades diárias do pessoal do Laboratório e eventuais estagiários; Emite os boletins de análise; Aprova os documentos de caráter técnico |
| Técnico Analista | Responsável pela realização de ensaios laboratoriais; Verifica o estado de calibração dos equipamentos; Elabora os documentos de caráter técnico na componente analítica; Responsável pelo desenvolvimento/implementação dos métodos analíticos conforme a responsabilidade técnica atribuída |
| Gestor de área | Elabora a componente técnica das propostas para cliente por indicação do Secretário – Geral; Responsável pela validação dos dados de amostragem; Valida os Relatórios de Ensaio; Responsável pela manutenção e verificação interna do equipamento de amostragem; Responsável pela planificação da amostragem |
| Técnico de Amostragem | Responsável pela realização das amostragens; Realiza a manutenção de equipamento de laboratório |

A execução dos ensaios laboratoriais e dos ensaios em campo é atribuída aos técnicos analistas e aos técnicos de amostragem de acordo com as habilitações específicas de cada um.

A qualificação dos técnicos analistas e de amostragem é obtida através de um processo de formação teórica – prática conduzida por um técnico mais qualificado. Nesta primeira fase o técnico deverá assistir à realização dos ensaios efetuados pelo técnico mais qualificado e tomar conhecimento dos referenciais normativos, Instruções de Trabalho e restante documentação afeta ao ensaio. Após esta fase, o técnico em qualificação realiza ensaios com supervisão.

A duração de cada uma das fases atrás indicadas está dependente da complexidade do ensaio e da resposta do técnico a qualificar. Para a totalidade do processo são elaborados registos de qualificação que são assinados pelo técnico em qualificação e pelo técnico supervisor.

O técnico em formação só se encontra qualificado quando o técnico supervisor considerar que ele cumpre a totalidade dos requisitos necessários à realização dos ensaios. Estes requisitos são definidos pela função/tarefa.

Sempre que possível, e aplicável, o técnico em qualificação participa em ensaios de comparação interlaboratorial e analisa amostras cegas. A obtenção da qualificação é evidenciada pela integração do técnico na Matriz de Qualificação.

A manutenção da Qualificação de cada técnico é conseguida através da realização de, pelo menos, um ensaio por ano e uma participação positiva em ensaios de comparação interlaboratorial e/ou análises em soluções padrão (ou amostras cegas) por ciclo de acreditação, desde que existentes.

A supervisão dos técnicos do Laboratório, assim como de eventuais estagiários, é efetuada pelo Responsável do Laboratório, ou por outro técnico por ele designado.

7. Subcontratação

Sempre que se verifique necessário ou adequado o Laboratório do IDAD pode subcontratar outros laboratórios para a realização de determinados ensaios, que assume perante o cliente a responsabilidade dos respetivos resultados.

Os principais critérios a atender na subcontratação de laboratórios, quer sejam novos, quer sejam habituais, prende-se com a respetiva situação em termos da sua acreditação para a execução dos ensaios em causa ou, quando tal não é possível, na análise da experiência evidenciada para realização do trabalho analítico pretendido, atendendo aos seguintes fatores de seleção:

- Tempo na resposta dada às informações solicitadas;
- Participação em ensaios interlaboratoriais (desempenho);
- Controlo de qualidade interna;
- Prazo de execução;
- Custo e regime de pagamento

8. Serviço ao Cliente

O exercício da atividade do Laboratório do IDAD inclui a operação com os seus clientes no sentido de facultar quaisquer esclarecimentos que advenham dos resultados do trabalho executado e permite o acompanhamento, pelo cliente, do desempenho no Laboratório relativamente a esse mesmo trabalho. O acesso ao

Laboratório, se solicitado pelo cliente, é permitido após autorização do Responsável do Laboratório. Este acesso é formalizado após assinatura de tomada de conhecimento da Política da Qualidade e a comprometer-se a respeitar as práticas instituídas no Laboratório, não interferindo no trabalho dos analistas e a obrigando-se à confidencialidade da informação a que tiver acesso. O acesso ao Laboratório das empresas prestadoras de serviços de carácter permanente (por exemplo, serviços de informática) é autorizado mediante a assinatura de um Compromisso de Confidencialidade estabelecido entre a empresa e a gestão do Laboratório.

Sempre que o cliente o solicite, o laboratório do IDAD, disponibiliza todo o material necessário ao acondicionamento e conservação de amostras (malas térmicas, termoacumuladores, recipientes devidamente preparados e adequados ao tipo de amostra e ao tipo de ensaio (s) a realizar).

A realização de amostragens é, sempre que adequado ou por sugestão do cliente, precedida por uma avaliação preliminar das condições de amostragem, sem custos adicionais.

Qualquer anomalia detetada no momento da realização dos ensaios (insuficiente volume de amostra, periodicidade da amostra, impossibilidade de realização de um ensaio específico devido a características da amostra, etc) será imediatamente comunicada ao cliente, podendo a situação ser reposta, sem custos adicionais.

Anualmente, é solicitado aos clientes o preenchimento de um inquérito de avaliação de Desempenho, onde se colocam questões relacionadas com a habitual prestação de serviços laboratoriais aos clientes e se pede a formulação de opinião acerca desses serviços.

9. Confidencialidade e Segurança documental

A confidencialidade e segurança dos documentos arquivados são garantidos quer a partir da gravação dos respetivos ficheiros sob um formato protegido (suporte informático) quer a partir da existência de cópias numeradas e controladas, quando os mesmos se apresentam em papel. A proteção dos ficheiros é feita mediante a ativação de uma “palavra-passe” no menu de acesso a estes ficheiros. A atribuição dessa “palavra-passe” é feita pelo Responsável da Qualidade, nos registos da função Qualidade e pelo Responsável do Laboratório, nos registos técnicos, que a alteram periodicamente ou sempre que tal se verifique necessário.

10. Auditorias da Qualidade

As auditorias internas são normalmente planeadas, tendo em atenção as auditorias externas assumindo como objetivo uma avaliação das medidas implementadas no Sistema.

As auditorias internas planeadas realizam-se anualmente, em datas definidas na reunião da revisão do Sistema de Gestão da Qualidade que se realiza no início de cada ano civil. As auditorias internas não planeadas (complementares) são realizadas na sequência de qualquer alteração no funcionamento do Sistema de Gestão da Qualidade, nomeadamente para verificar a eficácia das ações corretivas implementadas.

No caso das investigações efetuadas em auditoria indicarem a existência de resultados que possam estar afetados, os clientes envolvidos são notificados por escrito, considerando-se os ofícios enviados com essa notificação como registo de evidência da mesma.